



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE MADRID
DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE LA MATERIA CONDENSADA

**Superconductividad y dimensionalidad: Microscopía túnel bajo campos
magnéticos inclinados.**

MEMORIA PRESENTADA POR:
Jose Augusto Galvis Echeverri
PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR EN CIENCIAS FÍSICAS

DIRECTOR:
Dr. Hermann Suderow

MADRID, NOVIEMBRE DE 2013

Agradecimientos

Esta tesis doctoral es el fruto del esfuerzo y apoyo de muchas personas a las cuales deseo dar el más sincero de mis agradecimientos.

En primer lugar quisiera darle las gracias a mi director el Profesor Hermann Suderow, su paciencia, constante estímulo, dedicación e incondicional apoyo fueron los que dieron origen a esta tesis, sin los cuales nada de lo aquí presentado hubiera sido posible. Desde el primer día que llegué al laboratorio de Bajas Temperaturas Hermann Suderow depositó su confianza en mí y siempre estuvo ahí cuando necesite de sus consejos y habilidades pero especialmente de su sincero respaldo. El aprendizaje que me ha brindado Hermann es invaluable, gracias por ser ese director de tesis incansable y siempre optimista, pero especialmente gracias por ser un excelente ser humano.

Quiero dar mis más sinceros agradecimientos al Profesor Sebastián Vieira fundador del laboratorio. De Sebastián recibí los mejores consejos, no solo respecto al experimento, los resultados y la forma de interpretarlos, sino también referentes a la vida. Sebastián gracias por transmitir esa sabiduría que te caracteriza, por estar siempre dispuesto a escuchar y aconsejar, por siempre brindar lo máximo de ti por los demás. En esos momentos difíciles en el laboratorio, cuando las ideas parecían desaparecer, fue tu voz llena de claridad, paciencia y fuerza la que las hizo regresar.

A Andrés Buendía Almansa por sus consejos e inagotable capacidad, sin la cual la construcción del experimento no habría sido posible. Gracias a los conocimientos de Andrés y su maravillosa disposición fue posible construir un experimento de esta envergadura en un tiempo tan corto. Gracias Andrés por tener siempre una solución en tus manos y estar siempre dispuesto a entregarla.

A Isabel Guillamón por su ayuda, consejos y paciencia. Su envidiable claridad y magníficas ideas fueron fundamentales en el desarrollo de esta tesis.

Quisiera agradecer a todas las personas que estuvieron implicadas en la construcción del experimento, las cuales siempre lo hicieron con la mejor de las disposiciones. Gracias a Rosa María Díez, quien siempre estuvo ahí para darme una mano, pero especialmente gracias por brindarme tu amistad. A Jesús Chao por sus esfuerzos y ayudas que entre otras cosas, fueron muy importantes en la construcción de la bobina de tres ejes. A Mariano Cuenca del SEGAINVEX por el diseño y fabricación de la fuente de alimentación de la bobina de tres ejes. A Juan Antonio Higuera del SEGAINVEX por sus asesorías y oportunas reparaciones. A Santiago Márquez y todo el personal técnico del laboratorio y

el SEGAINVEX que de una u otra forma aportaron en la construcción de este sistema experimental.

Gracias a las colaboraciones con los grupos de los profesor Paul C. Canfield, Eugenio Coronado y Francisco Guinea se han obtenido muchos de los resultados de esta tesis. Quisiera también dar las gracias a los profesores del departamento Nicolas Agraït, Jose Gabriel Rodrigo y Miguel Ángel Ramos. No quisiera olvidar a los miembros del laboratorio de los que he aprendido mucho y compartido momentos muy gratos, gracias a Tomás, Isabel, Jan, Antón, Aday, Bisher, Guillermo, Merzak, David, Ahmad, Andrés, Juan Pedro y Antonio. Todos ellos han generado un maravilloso entorno laboral y se han convertido en excelentes amigos. Quiero dar un agradecimiento especial a Roberto y Manuel por ser mis amigos y cómplices en estos años, por todas esas risas dentro y fuera del laboratorio sin las cuales la vida no tendría sentido.

Quiero darle las gracias a mi mejor amigo Edwin Herrera, gracias parcero por haber estado ahí siempre, primero en los Andes, luego a la distancia y ahora aquí. Podría escribir otra tesis hablando de lo que significa su amistad para mí, pero como usted sabe bien que las palabras sobran, simplemente gracias.

Quiero agradecerle a mi familia, mi madre, mi padre y mi hermana. Gracias por todo ese amor y apoyo, sin eso nada de lo que hago tendría algún significado.

Por último quiero agradecer a mi esposa Paula, quién es el motor de mi existencia, sin la cual la vida perdería su magia, por la cual quiero vivir y luchar, esta tesis y mi vida son para tí.

| | |
|---|-----------|
| 1. Introducción | 1 |
| 1.1. Aspectos generales de la Superconductividad | 2 |
| 1.2. Modelos Teóricos de la Superconductividad | 3 |
| 1.2.1. Teoría Clásica: Ecuaciones de London | 4 |
| 1.2.2. Teoría de Ginzburg-Landau | 4 |
| 1.2.3. Teoría BCS | 9 |
| 1.2.4. Gap anisótropo y de multibanda | 13 |
| 1.3. Red de vórtices superconductores | 15 |
| 1.3.1. Centros de anclaje y potencial de superficie | 16 |
| 1.4. Dinámica de Vórtices | 17 |
| 1.5. Superconductores anisótropos | 19 |
| 2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES | 23 |
| 2.1. Refrigerador de dilución | 24 |
| 2.1.1. Criostato de dilución | 27 |
| 2.1.2. Sistema de control de gases | 29 |
| 2.2. Microscopía de efecto túnel | 31 |
| 2.2.1. Principios teóricos de la microscopía túnel | 31 |
| 2.2.2. Funcionamiento del STM | 35 |
| 2.2.3. Electrónica de control del STM | 37 |
| 2.2.4. Microscopio de Efecto Túnel | 39 |
| 2.3. Bobina de tres ejes | 42 |
| 2.3.1. Fuente de alimentación | 45 |
| 2.4. Montaje experimental | 47 |
| 2.5. Conclusiones | 48 |

| | |
|--|------------|
| 3. Estados localizados en mono-capas de dicalcogenuros de tántalo | 49 |
| 3.1. Introducción | 49 |
| 3.2. Superconductividad en otros sistemas de baja dimensionalidad | 50 |
| 3.3. Estructura cristalina del TaSe ₂ y el TaS ₂ | 51 |
| 3.4. Propiedades electrónicas de los dicalcogenuros de tántalo. | 52 |
| 3.4.1. Onda de densidad de carga | 52 |
| 3.4.2. Superficie de Fermi | 55 |
| 3.4.3. Propiedades superconductoras | 56 |
| 3.5. Resultados Experimentales | 57 |
| 3.5.1. Densidad de estados en 2H-TaSe ₂ | 57 |
| 3.5.2. Discusión de los resultados en 2H-TaSe ₂ | 68 |
| 3.5.3. Densidad de estados en 2H-TaS ₂ | 70 |
| 3.5.4. Discusión de los resultados en 2H-TaS ₂ | 74 |
| 3.6. Discusión de los resultados experimentales | 75 |
| 3.6.1. Conclusiones | 78 |
| 4. Red de vórtices superconductores en NbSe₂ en campos magnéticos inclinados | 79 |
| 4.1. Introducción | 79 |
| 4.2. Estructura cristalina de NbSe ₂ | 82 |
| 4.3. Propiedades electrónicas del NbSe ₂ | 82 |
| 4.4. Propiedades superconductoras del NbSe ₂ | 84 |
| 4.4.1. Red de vórtices superconductores en NbSe ₂ | 85 |
| 4.5. Resultados experimentales en NbSe ₂ | 91 |
| 4.5.1. Red de vórtices bajo campo axial | 91 |
| 4.5.2. Red de vórtices bajo campos inclinados | 92 |
| 4.5.3. Dinámica de la red de vórtices bajo campos inclinados | 101 |
| 4.5.4. Conclusiones | 109 |
| 5. Densidad de estados y superconductividad en LaSb₂ | 111 |
| 5.1. Introducción | 111 |
| 5.2. Crecimiento de cristales de LaSb ₂ | 111 |
| 5.2.1. Ensamblaje para el crecimiento de LaSb ₂ | 113 |
| 5.2.2. Decantación del crecimiento y resultado final | 114 |
| 5.3. Estructura cristalina del LaSb ₂ | 117 |
| 5.4. Propiedades electrónicas del LaSb ₂ | 118 |
| 5.5. Propiedades superconductoras del LaSb ₂ | 120 |
| 5.6. Resultados Experimentales | 122 |
| 5.6.1. Red atómica del LaSb ₂ | 123 |

| | |
|--|------------|
| 5.6.2. Gap superconductor, temperatura y campo crítico del LaSb_2 | 124 |
| 5.7. Discusión de los resultados experimentales | 127 |
| 5.8. Conclusiones | 128 |
| 6. Resumen y conclusiones generales | 131 |

CAPÍTULO 1

Introducción

Heike Kamerlingh Onnes descubrió la superconductividad en 1911. Observó que la resistividad del mercurio cae a cero a temperaturas por debajo de 4.2 K[1]. Desde entonces se ha descubierto este fenómeno en metales, aleaciones y compuestos, haciendo del estudio de la superconductividad uno de los grandes retos de la física del estado sólido. El origen físico de este fenómeno permanecería como uno de los mayores interrogantes de la física hasta finales de los años 50. La respuesta al misterioso origen de este fenómeno fue dada por los físicos John Bardeen, Leon Cooper y John Schrieffer en su famoso artículo de 1957 titulado “*Theory of superconductivity*” [2].

La teoría BCS (Bardeen, Cooper y Schrieffer) es el modelo teórico que explica de forma más exitosa la fenomenología encontrada en el estado superconductor. Sin embargo, 30 años después de su publicación, en 1986 se descubrió una nueva familia de compuestos, llamados superconductores de alta temperatura crítica (HTSC por sus siglas en inglés). 27 años después de su descubrimiento, el mecanismo de la superconductividad en los HTSC se sigue discutiendo. La entrada en escena de los HTSC, dada su alta temperatura crítica, abrió la posibilidad de usar las propiedades de la superconductividad en aplicaciones tecnológicas a temperatura ambiental. Algunas de estas aplicaciones, que van desde transporte eléctrico mediante cables, transformadores de corriente y conmutadores de potencia que no disipan energía, y otras más ambiciosas como la fabricación de dispositivos electrónicos, son hoy una realidad a bajas temperaturas.

Desde el punto de vista fundamental, la superconductividad se mantiene como uno de los temas más dinámicos de la física de la materia condensada, con cientos de investigaciones teóricas y experimentales encaminadas a dar respuesta a su mecanismo y propiedades en diferentes materiales. Un conjunto de materiales superconductores que ha llamado la

atención por sus exóticas propiedades y sus posibles aplicaciones tecnológicas[57], son los superconductores crecidos en capas, donde las propiedades superconductoras se ven afectadas por el confinamiento dimensional. Los parámetros básicos que definen estos superconductores, tales como, longitud de coherencia, longitud de penetración, campo magnético crítico, entre otros, se vuelven altamente anisótropos e inhomogeneos respecto a las direcciones espaciales.

La forma en que la superconductividad se ve afectada por el confinamiento dimensional es un campo de investigación abierto, que requiere de mayor exploración experimental y nuevas interpretaciones teóricas. En este sentido, las técnicas experimentales usadas para entender las propiedades del estado superconductor y la forma en que este evoluciona en diferentes compuestos, han tenido una rápida evolución. El avance tecnológico ha permitido el desarrollo de nuevas herramientas que permiten acceder cada vez más a propiedades de los materiales que antes permanecían ocultas. Entre ellas se encuentra la espectroscopía de efecto túnel (STM por sus siglas en inglés), que nos permite acceder a la forma de la densidad de estados de los materiales en función de la energía. El STM es la única herramienta experimental que permite analizar de forma simultánea la red atómica en la superficie de los materiales y sus propiedades electrónicas. Desde su invención en 1981[3], esta técnica se ha convertido en una herramienta poderosa en el estudio de la superconductividad.

En esta tesis se combinan tres herramientas experimentales para el estudio de las propiedades superconductoras en materiales laminados: la criogenia de dilución, la microscopía de efecto túnel y la generación de altos campos magnéticos. Con esta técnica se estudiaron diferentes propiedades de la superconductividad en sistemas de baja dimensionalidad. Antes de mostrar la técnica experimental usada, y los resultados obtenidos, se repasarán las principales propiedades conocidas del estado superconductor y las principales teorías que las describen.

1.1. Aspectos generales de la Superconductividad

En 1911, haciendo experimentos sobre la influencia de las impurezas sobre la resistencia del mercurio, Heike Kamerlingh Onnes descubrió el fenómeno de la superconductividad[1]. Como muestra la figura 1.1, Onnes encontró que por debajo de cierta temperatura, llamada temperatura crítica, la resistencia del Hg se hacía cero.

El mismo K. Onnes un año después descubriría que al aplicar un campo magnético por encima de cierto valor, llamado campo crítico, la superconductividad se destruía haciendo que el material sea nuevamente resistivo. Casi 20 años después, Meissner y Ochsenfeld encontraron la segunda característica más importante de un superconductor, su diamagnetismo perfecto. Al caer al estado superconductor en presencia de un campo

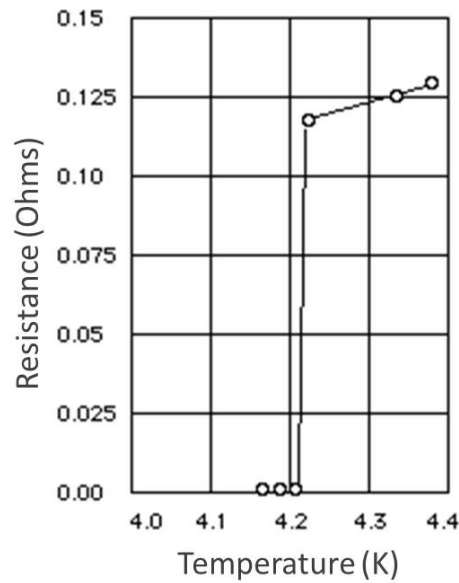


Figura 1.1: Medición de la dependencia en temperatura de la resistencia en Hg obtenida por Kamerlingh Onnes, donde se ve la transición al estado superconductor.

magnético finito, inferior a cierto valor límite, el material repele el campo magnético que residía dentro de su volumen antes de la transición. Este efecto de repulsión del campo magnético se conoce como efecto Meissner. Es decir, en el estado superconductor, el campo magnético dentro del volumen del material es cero. Esto sucede para los superconductores llamados Tipo I. Para otro tipo de superconductores, los tipo II, el campo magnético penetra en forma de cuantos de flujo cuya forma y valor será especificado más adelante.

1.2. Modelos Teóricos de la Superconductividad

El descubrimiento de efecto Meissner condujo a que los hermanos London (Fritz y Heinz) propusieran ecuaciones que explican este efecto y predijeran que tanto el campo magnético puede penetrar dentro de un superconductor. Este modelo fenomenológico incorpora las dos propiedades fundamentales de los superconductores, resistencia cero y diamagnetismo perfecto, a las ecuaciones de Maxwell, obteniendo las llamadas las ecuaciones de London[4]. Este fue el primer paso que llevo al desarrollo de las teorías que describen las principales propiedades de la superconductividad. A continuación se describen las características generales y más relevantes de estas teorías.

1.2.1. Teoría Clásica: Ecuaciones de London

Las ecuaciones de London son relaciones que se postularon con el fin de incluir las dos características fundamentales de un superconductor a las ecuaciones de Maxwell. La primera de ellas incluye la propiedad de resistencia cero, mientras que la segunda ecuación incluye su diamagnetismo perfecto.

Para introducir el hecho de que en un superconductor la corriente fluye sin resistencia alguna, los hermanos London plantearon la primera ecuación suponiendo que la conducción en el material es llevada a cabo por partículas, por el momento arbitrarias, llamadas super-electrones, que poseen masa efectiva m^* , carga total q^* y densidad efectiva de portadores por unidad de volumen n^* , donde el campo eléctrico y magnético esta gobernado por la relación:

$$\mathbf{E} = \frac{\partial(\Lambda \mathbf{J})}{\partial t} \quad (1.1)$$

$$\nabla \times (\Lambda \mathbf{J}) = -\mathbf{B} \quad (1.2)$$

donde $\Lambda \equiv \frac{m^*}{n^*(q^*)^2} = 4\pi\lambda^2$, es un parámetro fenomenológico. La expresiones 1.1 y 1.2 son la primera y segunda ecuaciones de London. La primera de estas ecuaciones describe conductividad perfecta de los super-electrones sin ningún tipo de resistencia. Al combinar las ecuaciones de London con la ecuación de Maxwell $\nabla \times \mathbf{B} = \mathbf{J}$, se obtiene:

$$\left(\frac{1}{\lambda} - \nabla^2\right) \mathbf{B} = 0 \quad (1.3)$$

Esta última relación implica que el campo magnético es apantallado desde el interior del superconductor, con una longitud λ en la que el campo puede penetrar. Esta longitud se conoce como longitud de penetración y es característica de cada superconductor.

1.2.2. Teoría de Ginzburg-Landau

La teoría de Ginzburg-Landau (GL)[5] es una teoría fenomenológica que describe efectos macroscópicos de la superconductividad. La teoría GL introduce una función de onda compleja ψ como un parámetro de orden dentro de la teoría general de transiciones de segundo orden de Landau. Ginzburg y Landau propusieron un parámetro de orden del estado superconductor $\psi = |\psi|e^{i\varphi}$, que describe las propiedades de los super-electrones en el superconductor, con módulo $|\psi|$ y fase ϕ . El parámetro de orden del sistema se propone como la cantidad $\psi^*\psi = |\psi|^2$, que representa la densidad de super-electrones n_s , de modo que la energía libre del sistema sea:

$$F_s = F_n + \alpha|\psi|^2 + \frac{\beta}{2}|\psi|^4 + \frac{1}{2m^*} |(i\hbar\nabla - e^*\mathbf{A})\psi|^2 \quad (1.4)$$

donde F_s es la energía libre del estado superconductor, F_n es la energía del estado normal, \mathbf{A} el vector de potencial magnético y α y β son los parámetros que deben ser ajustados para describir la transición superconductor (diferentes a los definidos para la teoría de London). Para el caso sin campo magnético o gradientes de campo, donde desaparece el último de los cuatro términos de la ecuación 1.4, para $\alpha > 0$ el mínimo en la energía libre está en $|\psi|^2 = 0$ (ver figura 1.2a) lo cual es adecuado para describir el estado normal, donde la densidad de super-electrones cae a cero. Si $\alpha < 0$, la energía libre tendrá un mínimo en $|\psi|^2 = |\psi_\infty|^2 = -\alpha/\beta$ (ver figura (1.2b) generando un estado para el cual la energía es aún menor que para el estado normal. Esto indica que durante la transición, la cual está marcada por la temperatura crítica T_c , el signo de α debe cambiar, y por ende este parámetro puede ser expandido en una serie de Taylor alrededor de T_c como $\alpha(T) = \alpha'(T/T_c - 1)$ [16] con lo cual:

$$|\psi|^2 = \frac{\alpha'}{\beta} \left(1 - \frac{T}{T_c} \right) \quad (1.5)$$

que es válido solo para $T < T_c$. Esto implica que la densidad de super-electrones n_s crece a medida que se va bajando en temperatura, a partir de cero en $T = T_c$, y es homogénea en toda la extensión del material.

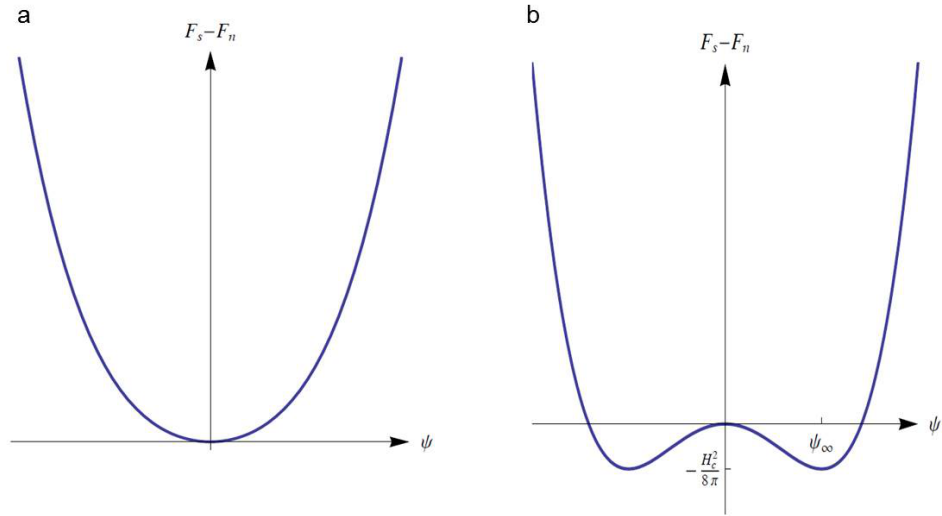


Figura 1.2: Diferencia entre las energías libres de Ginzburg-Landau (sin campos ni gradientes) en función de ψ (suponiéndolo real) para los casos (a) $\alpha > 0$ (estado normal, con $T > T_c$) y (b) $\alpha < 0$ (estado superconductor, con $T < T_c$)

Para el caso en que existan campos magnéticos, corrientes o gradientes, debe tenerse en cuenta el último término de la ecuación 1.4, lo cual implica que la función de onda total para el sistema ya no será homogénea, sino que ahora dependerá explícitamente de sus coordenadas espaciales como $\psi(\mathbf{r}) = |\psi(\mathbf{r})|e^{i\varphi(\mathbf{r})}$ y deberá ser tal que minimice la energía

total. Por medio de un método variacional se pueden obtener para este caso las ecuaciones diferenciales de Ginzburg-Landau:

$$\alpha\psi + \beta|\psi|^2\psi + \frac{1}{2m^*} (i\hbar\nabla - e^*\mathbf{A})^2\psi = 0 \quad (1.6a)$$

$$\mathbf{J} = -\frac{\nabla^2\mathbf{A}}{\mu_0} = \frac{ie^*\hbar}{2m^*} (\psi^*\nabla\psi - \psi\nabla\psi^*) - \frac{e^{*2}}{m^*}\psi^*\psi\mathbf{A} \quad (1.6b)$$

Estas ecuaciones describen la distribución del campo magnético y del parámetro de orden superconductor. Éstas llevan a la definición de varios parámetros de importancia, como por ejemplo la longitud de coherencia $\xi(T)$ (ver ecuación 1.7a), la cual en esta teoría es interpretada como una longitud característica en la cual decaerá el estado general ψ a partir del estado de mínima energía ψ_∞ , y que en la teoría BCS es interpretada como una longitud de correlación entre los posibles pares de Cooper del sistema. También se define la longitud de penetración λ (ecuación 1.7b) del campo magnético usando los resultados de la teoría de London, y con esto se llega a la definición más importante de esta teoría, la del parámetro de Ginzburg-Landau κ (ecuación 1.7c), cuyo valor para cada superconductor representa su naturaleza misma.

$$\xi(T) = \sqrt{\frac{\hbar^2}{2m^*|\alpha(T)|}} = \frac{\Phi_0}{2\sqrt{2}\pi H_c(T)\lambda(T)} \quad (1.7a)$$

$$\lambda(T) = \sqrt{\frac{m^*}{4\pi|\psi|^2 e^{*2}}} \quad (1.7b)$$

$$\kappa = \frac{\lambda(T)}{\xi(T)} = \frac{2\sqrt{2}\pi H_c(T)\lambda^2(T)}{\Phi_0} \quad (1.7c)$$

El valor de $\kappa = 1/\sqrt{2}$ separa los superconductores en dos tipos diferentes: Superconductores tipo I, para los cuales $\kappa < 1/\sqrt{2}$; y tipo II, para los cuales $\kappa > 1/\sqrt{2}$. En estas dos regiones las soluciones para las ecuaciones diferenciales de GL son totalmente diferentes.

A partir de la solución a las ecuaciones de GL para $\kappa < 1/\sqrt{2}$ se encuentra que el diagrama de fases B-T para los superconductores tipo I (figura 1.3) está dividido en dos regiones llamadas normal y meissner. La línea que separa estas dos regiones, H_c , se encuentra que depende de la temperatura como:

$$H_c(T) = H_c(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^2 \right] \quad (1.8)$$

donde T_c está definida como la temperatura de transición al estado superconductor a campo cero. en el estado Meissner, el flujo magnético en el material solo puede penetrar

hasta una longitud λ a partir de los bordes del material, pero en su volumen el campo magnético es nulo, ya que en la superficie del material se crean supercorrientes de apantallamiento que cancelan el campo magnético externo aplicado.

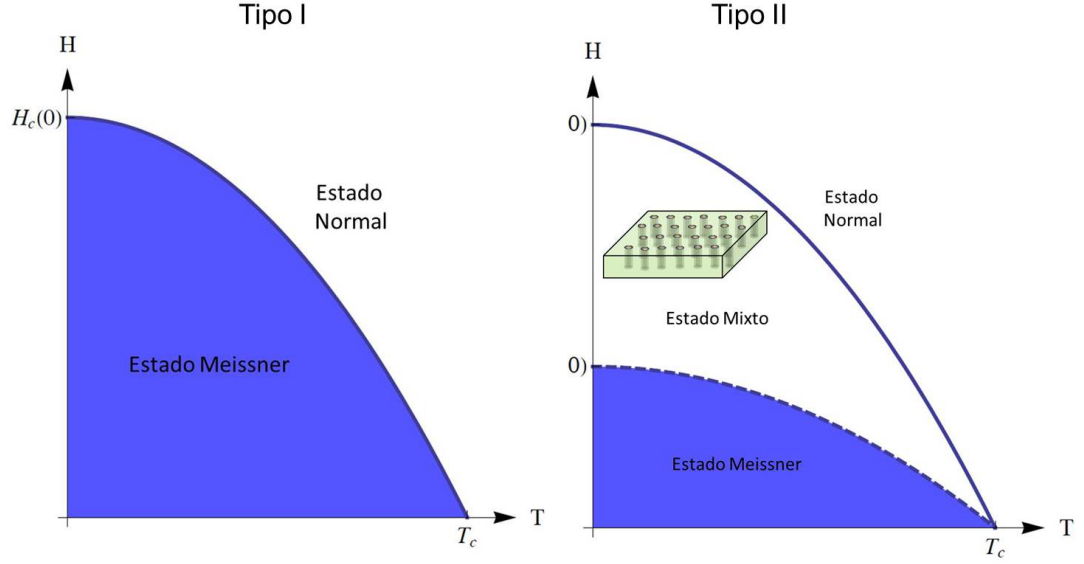


Figura 1.3: Diagrama H-T de los superconductores Tipo I y II. La zona sombreada, por debajo de la línea de $H_c(T)$, pertenece a la región superconductora, donde la expulsión del campo magnético es total y la resistividad cae a cero. La región entre $H_{c1}(T)$ y $H_{c2}(T)$ es la región mixta o de vórtices en superconductores tipo II.

Para los superconductores Tipo I (con parámetro de Ginzburg-Landau $\kappa < 1/\sqrt{2}$) la expulsión del campo es total. Pero los superconductores tipo II (con $\kappa > 1/\sqrt{2}$), como demostró Abrikosov[7], admiten soluciones a la ecuación de Ginzburg-Landau donde la expulsión del campo magnético al interior del material no es completa: el campo magnético puede entrar de forma cuantizada, donde el cuanto de flujo magnético tiene un valor de $\Phi_0 = h/2e = 2,0678 \times 10^{-15} \text{Wb}$, y su extensión a través del material es llamado vórtice. El diagrama de fases H-T en su forma más básica para los superconductores tipo II se muestra la figura 1.3b. Para estos superconductores se definen dos campos críticos: $H_{c1}(T)$, por debajo del cual se encuentra la zona de Meissner, donde la expulsión del campo magnético es total y $H_{c2}(T)$ la cual define una zona mixta o de vórtices (entre las líneas $H_{c1}(T)$ y $H_{c2}(T)$), donde el flujo magnético puede entrar en múltiplos enteros del cuanto Φ_0 . Para campos superiores a $H_{c2}(T)$ el superconductor se encontrará en estado normal. Según la teoría GL los campos magnéticos críticos H_{c1} y H_{c2} vienen dados por:

$$H_{c1} = \frac{\Phi_0}{4\pi\mu_0\lambda^2} \ln(\kappa) \quad (1.9a)$$

$$H_{c2} = \frac{\Phi_0}{2\pi\mu_0\xi^2} \quad (1.9b)$$

El tamaño relativo entre λ y ξ , es decir κ , determina el tipo de respuesta del superconductor frente a campos magnéticos. Cuando $\xi > \lambda$ el campo no puede penetrar el superconductor ya que no es energéticamente favorable. Por el contrario si $\xi < \lambda$, resulta energéticamente favorable que el campo magnético penetre el material en forma de líneas de campo con flujo Φ_0 . La relación entre λ y ξ en una interfase normal superconductor se muestra en la figura 1.4 para los dos tipos de superconductores. Esta figura permite entender mejor el significado físico de la longitud de coherencia y penetración. ξ describe la escala característica en la cual decae especialmente la variación del parámetro de orden con respecto a su valor de equilibrio y λ la distancia característica de decaimiento de un campo magnético que penetra el superconductor. Este λ de la teoría GL está relacionado, pero no es igual a la longitud de penetración de London, a $T = 0K$ la relación entre ambos parametros es, $\lambda_L/\lambda_{GL} \approx 1,4$.

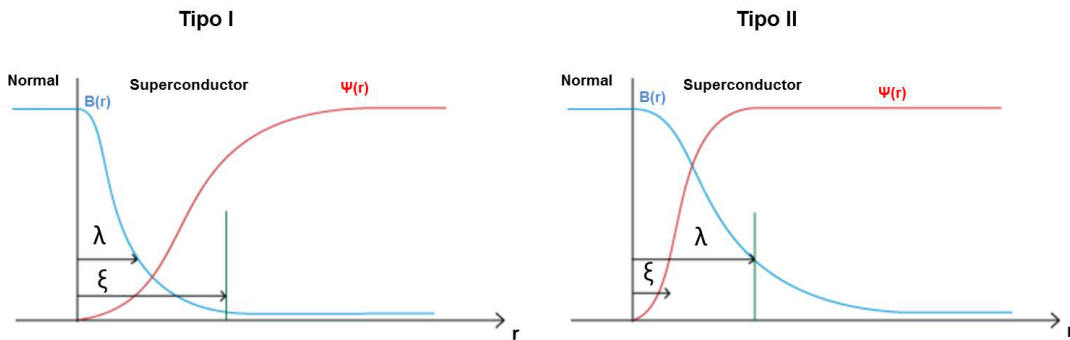


Figura 1.4: Relación entre la longitud de coherencia y penetración en superconductores tipo I y tipo II.

Las diferentes formas en las que los superconductores expulsan el campo magnético según sean de tipo I o II puede verse en la magnetización \mathbf{M} del superconductor en función del campo magnético externo \mathbf{H} , la cual se muestra en la figura 1.5. Un superconductor tipo I tiene un comportamiento diamagnético perfecto, por lo cual repele la totalidad del campo para campos magnéticos externos menores a $H_c(T)$. Esta transición de fase es una transición de primer orden, ya que presenta una discontinuidad en la magnetización. En la curva de magnetización para el tipo II Por debajo de H_{c1} , el superconductor presenta estado Meissner, mientras que entre H_{c1} y H_{c2} , la magnetización disminuye de forma continua conforme se aumenta el campo externo. Esta disminución de forma lenta y continua,

se debe a que el campo magnético penetra en el interior del superconductor en forma de vórtices. El número de vórtices aumenta al incrementar el campo magnético, hasta que éste penetra todo el superconductor al llegar a H_{c2} , destruyendo la superconductividad.

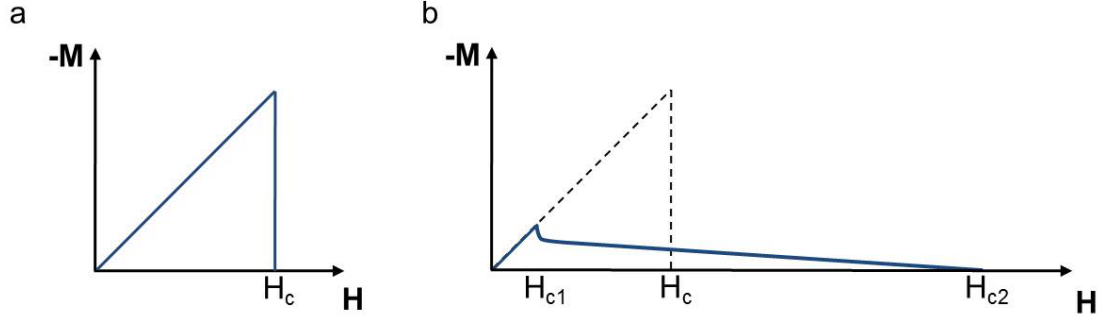


Figura 1.5: Curva de magnetización vs. H para superconductores Tipo I (a) y Tipo II (b).

1.2.3. Teoría BCS

En 1957, J. Bardeen, L. N. Cooper y J.R. Schrieffer presentan las bases para una teoría microscópica de la superconductividad que posteriormente se conocería como la Teoría BCS [2]. La propuesta inicial para crear una teoría cuántica de la superconductividad y explicar la interacción que se daba en los electrones de conducción al entrar al estado superconductor la hizo Fröhlich en 1950. El modelo es la interacción electrón-fonón-electrón: “Un electrón al moverse por la red, debido a su carga negativa tiende a atraer a los iones positivos de la red; de este modo, en la región alrededor del electrón se produce una aglomeración de cargas positivas, cambiando localmente la densidad de carga positiva, excitando a un fonón. Otro electrón que esté cerca, será atraído por la perturbación positiva, es decir, hacia el primer electrón absorbiendo el fonón” [8]. Esta idea es representada esquemáticamente en la figura 1.6,

Siguiendo la idea de Fröhlich, L. Cooper en 1956 [6] considera un par de electrones cercanos al nivel de Fermi, cuya interacción por medio de un fonón supera la repulsión Coulombiana, creando un estado ligado para esos dos electrones. La interacción esta condicionada a ser atractiva, cuando el momento de los electrones es igual y opuesto: $\vec{k}_1 = -\vec{k}_2$. A este conjunto se le denomina par de Cooper y se les puede representar como $(\vec{k}_\uparrow, -\vec{k}_\downarrow)$, con función total de espín antisimétrica, momento neto cero y espín cero.

El trabajo conjunto de Bardeen, Cooper y Schrieffer extrapoló el estudio de un par de Cooper a un sistema de varios electrones. La posibilidad de que se formen pares de electrones ligados hace que en la transición de fase, del estado normal al estado superconductor, la energía total del sistema disminuya debido a la energía empleada en la atracción en-

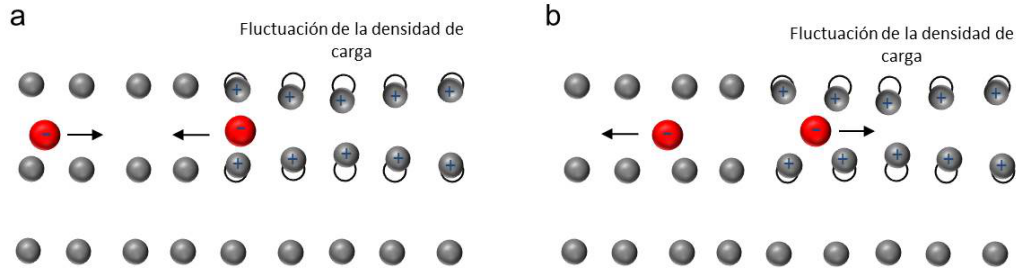


Figura 1.6: Figura esquemática de la interacción electrón-fonón-electrón. (a) Un electrón con vector de onda \vec{k}_1 moviéndose por la red, debido a su carga negativa, atrae iones positivos provocando una fluctuación de la densidad de carga positiva. Otro electrón en dirección opuesta con vector de onda \vec{k}_2 se ve atraído por la perturbación positiva.

tre electrones. El nuevo problema era entonces el cálculo del estado base y los estados excitados del sistema.

Como se mencionó anteriormente, un par de Cooper es una partícula con espín neto cero; estas partículas obedecen a la estadística Bose-Einstein y no cumplen el principio de exclusión de Pauli, es decir, un número cualquiera de ellas puede ocupar un mismo estado conduciendo el sistema a lo que se conoce como condensado de Bose Einstein. El estado fundamental de este condensado, se describe dentro de la teoría BCS, por una función de onda macroscópica que mantiene la coherencia de fase una distancia igual a la longitud de coherencia ξ_0 . La formación de los pares de Cooper es un efecto colectivo, donde sus funciones de onda se solapan entre sí originando un estado coherente.

Gap Superconductor: Δ

La teoría BCS parte de un Hamiltoniano que tiene en cuenta el apantallamiento de la interacción Coulombiana, energías alrededor del nivel de Fermi y la interacción electrón-fonón. La solución para los estados excitados del sistema E_κ viene dada por la relación

$$E_\kappa = (\Delta^2 + \epsilon_\kappa^2)^{\frac{1}{2}} \quad (1.10)$$

con

$$\epsilon_\kappa = \frac{\hbar^2 k^2}{2m} - E_F \quad (1.11)$$

donde Δ es el Gap Superconductor y ϵ_κ es la energía de Bloch relativa al nivel de Fermi. Al formarse los pares de Cooper la energía del sistema disminuye un valor igual a la energía de enlace de los electrones en el par, esta energía se designa como 2Δ y es precisamente, la energía requerida para acceder al primer estado excitado del sistema. Así, en el estado

fundamental, los pares de Cooper están condensados en un estado con una energía igual a Δ por debajo del nivel de la energía de Fermi.

Una consideración importante dentro de la teoría BSC es que cuando se rompe un par de Cooper cada cuasipartícula creada con momento y espín (\vec{k}_\uparrow) , tiene asociado un estado vacío, llamado hueco, con momento y espín opuestos $(-\vec{k}_\downarrow)$ que ya no está disponible para la formación de otros pares de Cooper. Debido a este tipo de transformación, par de Cooper \rightarrow electrón-hueco, la nueva densidad de estados tiene un gap de energía de magnitud 2Δ centrado en la energía de Fermi. Con esto, el análisis de la densidad de estados en la fase superconductor $N_s(E_\kappa)$ conduce a la siguiente expresión

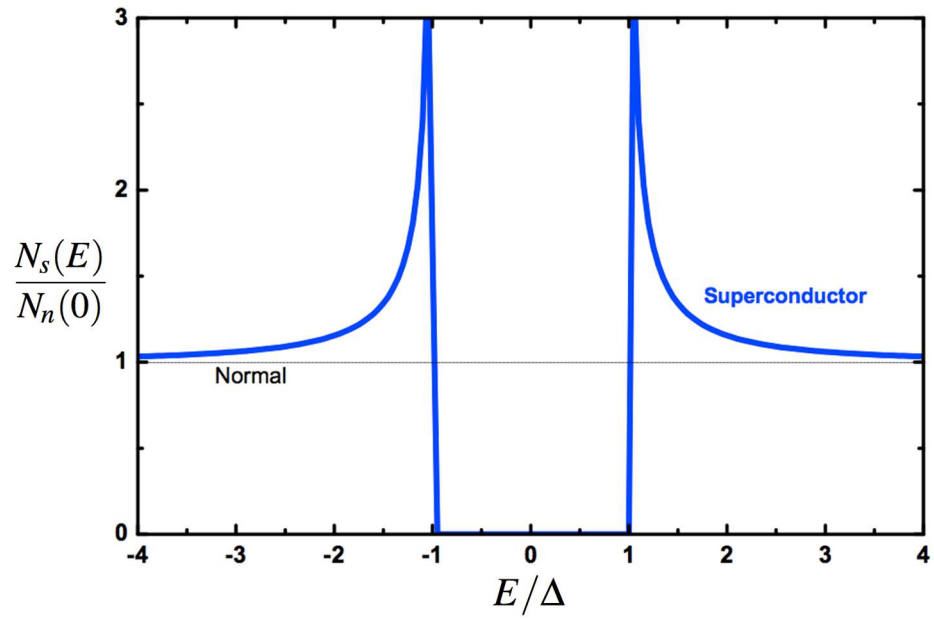


Figura 1.7: Densidad de estados para los electrones excitados en un superconductor $N_s(E)$ relativa a la densidad de estados del conductor normal $N_n(0)$; se observan las divergencias de energía cuando $E = \Delta$ denominadas pico de cuasipartículas.

$$\frac{dN_s(E_\kappa)}{dE_\kappa} = \frac{dN_n(\epsilon_\kappa)}{d\epsilon_\kappa} \frac{d\epsilon_\kappa}{dE_\kappa} \quad (1.12)$$

donde $N_n(\epsilon_\kappa)$ es la densidad de estados en la fase normal. Como estamos tomando E_F como el nivel de referencia en energía y nos interesan energías ϵ_κ de unos pocos meV , podemos asumir $N_n(\epsilon_\kappa) = N_n(E_F = 0)$, es decir, constante. Con esto y 1.10 en el segundo factor de 1.12, obtenemos

$$\frac{N_s(E)}{N_n(0)} = \begin{cases} \frac{E}{(E^2 - \Delta^2)^{1/2}} & E > \Delta \\ 0 & E < \Delta \end{cases} \quad (1.13)$$

La figura 1.7 representa $N_s(E)$ de acuerdo con 1.13, relativa a su valor en el estado normal. Observamos que $N_s(E)$ no presenta estados en la región de energías de valor $|\Delta|$ (Gap Superconductor) respecto a E_F , con divergencias en $E = |\Delta|$, llamadas picos de cuasipartículas en la densidad de estados de un superconductor.

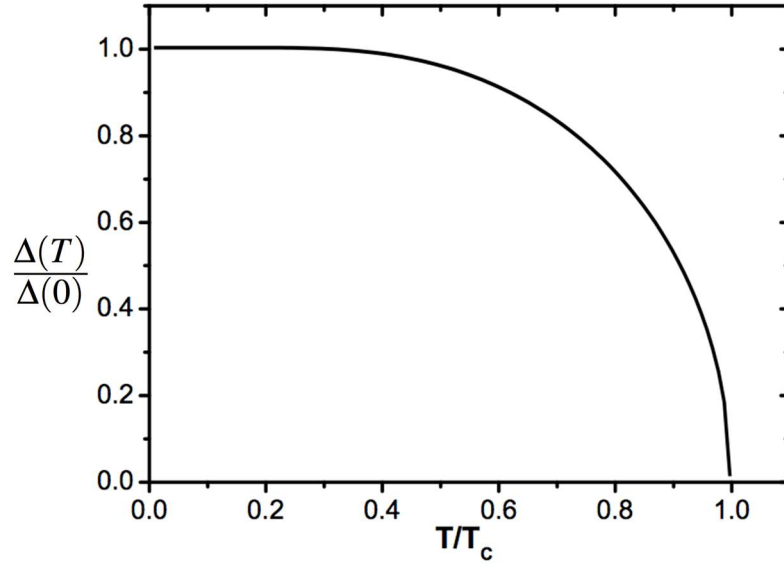


Figura 1.8: Evolución del Gap Superconductor en la teoría BCS relativo a su valor a $T = 0K$.

La teoría BCS también establece la dependencia del gap superconductor con su valor a $T = 0K$ y T_c dada por:

$$2\Delta = 3,53k_B T_c \quad (1.14)$$

La evolución del gap superconductor con la temperatura $\Delta(T)$ se muestra en la figura 1.8. Como se puede observar, el valor de Δ es casi constante hasta $T \approx T_c/2$, en este valor, la excitación térmica afecta a un número considerable de cuasipartículas y hace que Δ disminuya de forma continua hasta hacerse cero en $T = T_c$.

En 1959 L. P. Gor'kov[17] mostró que las ecuaciones de la teoría de Ginzburg-Landau pueden ser derivadas de la teoría BCS cerca a T_c . De esta forma el parametro de orden ψ de la teoría GL se convierte en la función de onda de los pares de Cooper en la teoría BCS, y es proporcional al gap superconductor Δ . Gor'kov encontró las expresiones para las longitudes de penetración y coherencia en función de la temperatura, que vienen dadas por:

$$\xi(T) = 0,74\xi_0 \left(\frac{T_c}{T_c - T} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (1.15)$$

$$\lambda(T) = \frac{1}{\sqrt{2}}\lambda_0 \left(\frac{T_c}{T_c - T} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (1.16)$$

donde ξ_0 y λ_0 son las longitudes de coherencia y penetración a temperatura cero.

1.2.4. Gap anisótropo y de multibanda

Los superconductores pueden ser clasificados en convencionales o no convencionales. Como muestra la figura 1.9 los superconductores convencionales son aquellos para los cuales la función de onda antisimétrica de los pares de cooper es de “onda s”, es decir, spín total $S = 0$ y momento orbital total $L = 0$. El fenómeno de la superconductividad convencional está totalmente explicado por medio de la teoría BSC, con interacción atractiva entre los electrones mediada por los fonones de la red. En los superconductores convencionales el gap superconductor Δ es constante en el espacio recíproco. En este grupo entran casi todos los elementos puros y aleaciones, como por ejemplo el Mercurio (Hg), Aluminio (Al), Niobio (Nb), Titanio (Ti), Niobio-Titanio (aleación), etc. La función de onda para este tipo de elementos es isotrópica, es decir, la función del gap superconductor $\Delta(K)$ no presenta nodos y puede ser generalizada para el condensado de pares de Cooper ya que la fase para todos es la misma.

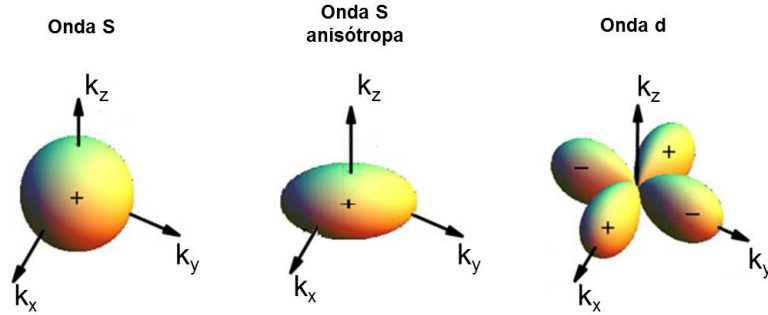


Figura 1.9: Comparación de la simetría de la función del gap $\Delta(k)$ para un superconductor isotrópico de onda S, anisótropo de onda S y anisótropo de onda d[18].

En los superconductores no-convencionales la función gap del $\Delta(k)$ es anisótropa en el espacio recíproco, con nodos en su simetría, los cuales en algunos casos pueden anular el valor del gap para algunos valores de k , como en los superconductores de onda d.

Un caso particular y relevante de anisotropía en el estado superconductor es el que tiene lugar en superconductores multibanda. En este fenómeno aparece una variación del gap Δ respecto al espacio recíproco debido a que su valor es diferente en las diferentes bandas de la superficie de Fermi. Este fenómeno fue predicho en 1959 por Suhl, Matthias y Waker[141]. En este trabajo se amplió la teoría BCS considerando un superconductor de dos bandas, en el cual pueden aparecer procesos de absorción y emisión de fonones entre distintas bandas. Estos procesos de interacción entre electrones de diferentes bandas se conoce

como dispersión interbanda. Los potenciales de interacción de cada banda son diferentes con diferente valor de gap superconductor y temperatura crítica. La dispersión multibanda tiene como resultado la mezcla de las diferentes propiedades electrónicas entre las bandas, de tal forma que la banda con temperatura crítica mayor inducirá superconductividad sobre la banda con menor temperatura, igualando ambos valores de T_c .

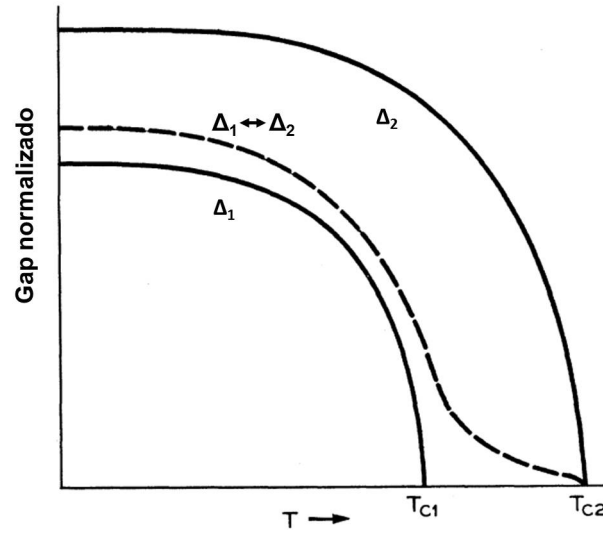


Figura 1.10: Representación de la evolución del gap en un superconductor con dos bandas. Si entre bandas no hay dispersión cada gap evoluciona por separado (líneas continuas), cuando existen procesos de dispersión multibanda, el gap mayor induce superconductividad sobre el gap menor, igualando las dos temperaturas críticas[141].

Este fenómeno se esquematiza en la figura 3.6, para un superconductor con dos bandas en su superficie de Fermi. Supongamos que una de las bandas tiene un gap superconductor Δ_1 con una temperatura crítica T_{c1} y la otra banda un gap Δ_2 con T_{c2} . Si entre las bandas no existiera intercambio fonónico entre sus electrones, cada gap evolucionaría de forma independiente en función de la temperatura, obteniendo dos transiciones superconductoras a T_{c1} y T_{c2} . Si entre las dos bandas aparece intercambio fonónico entre electrones, la banda con el gap Δ_2 inducirá superconductividad sobre la banda con gap menor Δ_1 , igualando ambos valores de T_c , como muestra la curva punteada de la figura 3.6.

En 1980 G. Binnig[12] entró por medio de espectroscopía túnel en uniones entre In y SrTiO_3 la primera evidencia experimental de superconductividad multibanda. En este trabajo se mostró que al dopar con Nb se encontraban dos gaps en la densidad de estados de este compuesto. Veinte años después, se encontró superconductividad multibanda en MgB_2 [24] a una temperatura única de 39 K. Este resultado inesperado en MgB_2 ha abierto nuevas investigaciones tanto experimentales como teóricas encaminadas a entender las propiedades superconductoras en este tipo de materiales.

1.3. Red de vórtices superconductores

Como se mencionó en las anteriores secciones, en los superconductores tipo II (con $\kappa > 1/\sqrt{2}$) la expulsión del campo magnético al interior del material no es completa, ya que el campo magnético puede entrar cuantizadamente en forma de vórtices. Cada vórtice posee la estructura mostrada en la Fig. (1.11), la cual consta de un núcleo cuyo diámetro es ξ (longitud de coherencia) y se extiende hasta una distancia λ (longitud de penetración). El parámetro de orden superconductor (en la mayoría de superconductores) es cero en el núcleo del vórtice, es decir, que el núcleo del vórtice no está en estado superconductor, en cuyo centro la densidad de flujo magnético es máxima, y el cual se extiende hasta una longitud λ en un decaimiento exponencial, dado por las siguientes relaciones:

$$H(r \rightarrow \infty) \rightarrow \frac{\Phi_0}{4\pi\mu_0\lambda^2} \sqrt{\frac{\pi\lambda}{2r}} e^{-r/\lambda} \quad (1.17a)$$

$$H(\xi \ll r \ll \lambda) \approx \frac{\Phi_0}{4\pi\mu_0\lambda^2} \left(\ln \frac{\lambda}{r} + 0,12 \right) \quad (1.17b)$$

las cuales son los límites de la solución exacta a las ecuaciones de GL. Cada vórtice es el resultado de corrientes de apantallamiento de superelectrones que giran alrededor del núcleo (con diámetro ξ) de tal forma que crean un flujo magnético a través de este núcleo de valor Φ_0 , destruyendo la superconductividad en su interior.

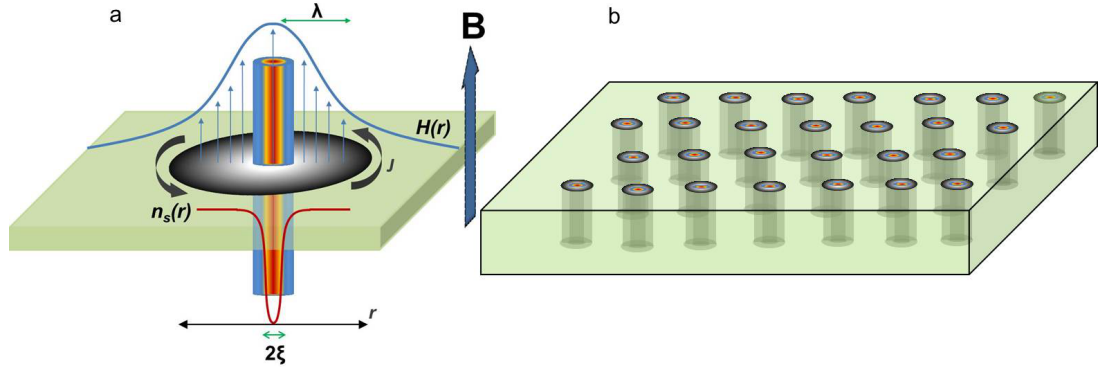


Figura 1.11: (a) Extensión espacial de la densidad de flujo magnético $H(r)$ (curva azul) en un vórtice (que se extiende hasta λ), y del parámetro de orden $|\Psi(r)|$ (curva roja), que empieza a caer a cero a partir de ξ . (b) Ejemplo de varios vórtices de Abrikosov (modelados como cilindros rígidos) entrando al material, al estar este en presencia de un campo magnético superior a H_{c1} . Cada uno entra perpendicular al campo externo, llevando un flujo magnético de valor Φ_0 .

Los vórtices en el material deben organizarse en cierta configuración, la cual está determinada tanto por el valor fijo de la magnetización en cierto punto del diagrama de

fases H-T, como por las interacciones entre ellos. Kleiner, Roth y Autler [20] encontraron que la configuración que minimizaba la energía de la red de vórtices es la de una red triangular de vórtices (ver figura 1.12). La distancia entre primeros vecinos en la red de vórtices, d , no depende de la longitud de coherencia o de penetración del superconductor, estando determinada únicamente por el valor de campo magnético aplicado, y es igual a $a_{\Delta} = 1,075\sqrt{\Phi_0/B}$.

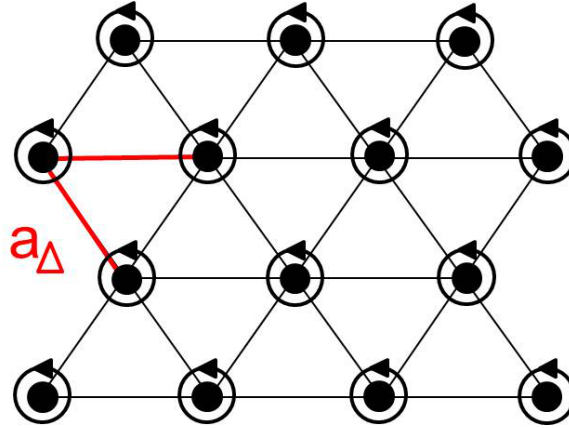


Figura 1.12: Red de vórtices triangular, la cual representa la configuración de mínima energía libre. La distancia entre vórtices en esta configuración es de $a_{\Delta} = 1,075\sqrt{\Phi_0/B}$, y es la que presenta el máximo factor de empaquetamiento. Las flechas circulares representan las supercorrientes en torno al vórtice.

1.3.1. Centros de anclaje y potencial de superficie

En un superconductor tipo II ideal, la red de vórtices es siempre una red de Abrikosov, como la mostrada en la figura 1.12. En un superconductor no ideal pueden aparecer muchos defectos, tales como: impurezas atómicas, fracturas, fronteras de grano y dislocaciones. Estos defectos generan un efecto de anclaje, llamados centros de anclaje sobre la red de vórtices. Cuando un núcleo de un vórtice se localiza en un defecto aparece una reducción en la energía libre, debida a una variación a nivel local de los parámetros superconductores (T_c , ξ , λ). Esto hace que los vórtices prefieran estar en los defectos (centros de anclaje), donde minimizan su energía. En algunos casos, dependiendo del número y distribución en el material, los centros de anclaje rompen la periodicidad de la red e incluso cambian su configuración hexagonal[98]. Si la periodicidad de la red es comparable al espaciamiento promedio entre centros de anclaje del material, esta será influenciada y distorsionada. Si por el contrario, la constante de la red de vórtices es muy pequeña comparada con la densidad de defectos o centros de anclaje, la periodicidad de la red no será distorsionada, y se podrá hablar de una red de Abrikosov. La red de vórtices de un superconductor en

equilibrio térmico se adaptará a la distribución de defectos, tomando la configuración de mínima energía, determinada por la suma de la energía de deformación de la red y la energía de interacción con los defectos.

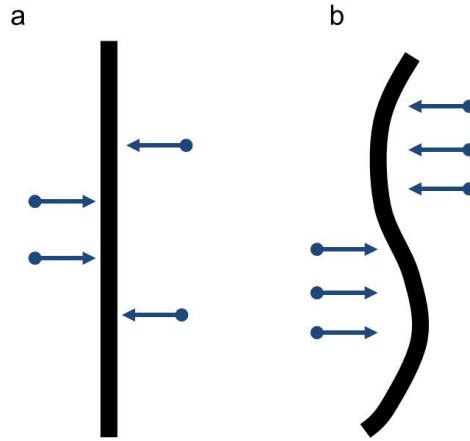


Figura 1.13: Interacción entre un vórtice y los centros de anclaje en (a) una red rígida y (b) una red blanda.

En este sentido podemos distinguir dos tipos de redes: redes de vórtices rígidas o blandas. Supongamos que los defectos en la muestra están distribuidos de forma aleatoria, en una red rígida, como muestra la figura 2.4a, las fuerzas de anclaje estarán distribuidas de forma uniforme sobre el vórtice que no se deforma, cancelándose entre ellas, dando origen a que el efecto de anclaje desaparezca. En una red de vórtices blanda, los vórtices pueden ser deformados (ver figura 2.4b), tal que la fuerza de anclaje puede ser máxima en ciertas direcciones. Por consiguiente las propiedades elásticas de la red son muy importantes a la hora de determinar la forma en la que el anclaje afecta la red.

Para un campo magnético paralelo, la superficie del superconductor actúa como un centro de anclaje, ya que esta tiene la forma de una barrera de energía para la entrada y salida de los vórtices. Esta barrera de superficie, llamada barrera Bean-Livingston[181], puede entenderse como un potencial en la superficie del material que permite la entrada de un vórtice a través de la superficie a un campo $H_s > H_{C1}$. El efecto de la barrera de superficie es una obstaculización a la entrada de los vórtices, que es más relevante mientras mayor sea la superficie que el vórtice debe atravesar para llegar al interior del material.

1.4. Dinámica de Vórtices

Como se ha mencionado en diferentes ocasiones, una de las principales características de un superconductor es su resistencia cero, lo que implica que corrientes aplicadas al

superconductor fluirán sin disipar energía. En los superconductores tipo II, esto puede cambiar cuando el estado mixto, ya que una corriente aplicada ejercerá una fuerza de Lorentz sobre los vórtices. La fuerza de Lorentz \vec{F}_L que sufrirá un vórtice con cuanto de flujo Φ_0 en presencia de una densidad de corriente \vec{J} viene dada por:

$$\vec{F}_L = \vec{J} \times \vec{\Phi}_0 \quad (1.18)$$

donde la dirección de $\vec{\Phi}_0$ es la misma del campo aplicado. Esta fuerza al estar aplicada sobre toda la red de vórtices, hará que esta se mueva con una velocidad v , produciendo un campo eléctrico inducido por el movimiento de campo magnético (ley de Faraday) igual a:

$$\vec{E} = \vec{B} \times \vec{v} \quad (1.19)$$

el cual es paralelo al vector de densidad de corriente \vec{J} . Este campo eléctrico se traduce en un voltaje sobre el superconductor, y por ende, aparece disipación de energía. Si el superconductor tiene un potencial de anclaje sobre la red, la dinámica de los vórtices estará determinada por la competencia entre la fuerza de anclaje \vec{F}_P y la fuerza de Lorentz \vec{F}_L . En esta dinámica aparecen diferentes regímenes para el movimiento de los vórtices:

- **Flux Creep:** Para este régimen, se cumple que $F_p > F_L$, de modo que los vórtices pueden superar la barrera energética interpuesta por el anclaje ayudados de la energía térmica $k_B T$, y siguiendo una dirección determinada promedio gracias al gradiente de flujo magnético generado por la fuerza de Lorentz. Si no hay una corriente aplicada en el material, la probabilidad de que un vórtice o un grupo de ellos salte de un centro de anclaje a otro es igual en todas las direcciones. Pero si hay corriente, estos saltos serán favorecidos en la dirección perpendicular a la corriente y el campo, de modo que habrá una velocidad neta promedio de la red de vórtices. Esto generará un voltaje, y por lo tanto, disipación. Para un proceso de creep mediado por la energía térmica, la tasa de saltos R de un centro de anclaje con energía libre U_0 a otro estará dado por [28, 29, 30]:

$$R \propto e^{-U_0/k_B T} \quad (1.20)$$

Y el campo eléctrico generado por un movimiento de creep con cierta velocidad neta estará dado por:

$$E(J) \propto e^{-U_0/k_B T} \sinh\left(\frac{JU_0}{J_c k_B T}\right) \quad (1.21)$$

donde J es la densidad de corriente externa aplicada y J_c es la corriente crítica, a partir de la cual el voltaje generado por el movimiento de la red de vórtices es apreciable, y para el cual se cumple la aproximación $\sinh(JF_0/J_c k_B T) \approx e^{-JF_0/J_c k_B T}/2$. Es decir, el voltaje depende exponencialmente de la densidad de corriente.

- **Flux Flow:** El régimen de flux flow es caracterizado por un movimiento viscoso de la red de vórtices, a una velocidad constante. Para esta zona se cumple que $F_L > F_p$, de modo que los vórtices ya no están anclados al material y pueden desplazarse amortiguados por el ambiente. En este caso, la resistividad será constante. Esta resistividad de Flux flow (ρ_{ff}) cumple la siguiente relación obtenida a partir del Modelo de Bardeen-Stephen [182]:

$$\rho_{ff} \approx \rho_n \frac{B}{H_{c2}} \quad (1.22)$$

donde ρ_n es la resistividad en el estado normal (extrapolada para la temperatura en la que se mida la curva a partir de la curva de $\rho(T)$), B es el campo externo aplicado a la muestra, y H_{c2} es el campo crítico 2.

1.5. Superconductores anisótropos

El foco de estudio de esta tesis son los superconductores anisótropos crecidos en capas, donde sus propiedades electrónicas dependen fuertemente de las direcciones espaciales. En particular nos centramos en el estudio de los dicalcogenuros del grupo V, cuyas propiedades serán estudiadas en los capítulos 3 y 4. Una de las características más fascinantes de los superconductores en capas es su fuerte anisotropía de las propiedades magnéticas. En estos casos sus principales parámetros, como la longitud de coherencia y de penetración deben ser evaluados de forma separada en las direcciones paralelas y perpendiculares a las capas del material. La longitud de coherencia perpendicular a las capas ξ_{\perp} es más pequeña que la paralela a éstas ξ_{\parallel} . De forma que la anisotropía puede ser caracterizada por la relación $\gamma = \frac{\xi_{\parallel}}{\xi_{\perp}}$. La longitud de penetración del campo magnético también es anisótropa, la cual, al igual que la longitud de coherencia, cumple $\lambda_{\parallel} > \lambda_{\perp}$.

Dependiendo del espacio relativo entre la longitud de coherencia ξ_{\perp} y el espaciamiento entre capas d , es posible identificar tres posibles niveles de anisotropía, que darán tres regímenes para la red de vórtices superconductores:

1. Si $\xi_{\perp} \gg d$, entonces el superconductor puede ser considerado tridimensional con una anisotropía uniforme. En este caso la red de vórtices puede ser descrita introduciendo en las ecuaciones de GL un tensor de masa efectiva dado por:

$$[1/m^*]_{ij} = \begin{bmatrix} 1/m_x^* & 0 & 0 \\ 0 & 1/m_y^* & 0 \\ 0 & 0 & 1/m_z^* \end{bmatrix} \quad (1.23)$$

El inverso del tensor 1.23 es la masa efectiva m^* que debe ser introducida en la energía libre del sistema, dada por la ecuación 1.4 de la teoría de GL. Con esta nueva masa efectiva se obtienen valores para los campos magnéticos críticos paralelos y perpendiculares a las capas dados por:

$$H_{c2||} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi_{||}\xi_{\perp}} \quad (1.24a)$$

$$H_{c2\perp} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi_{\perp}^2} \quad (1.24b)$$

La dependencia del campo magnético crítico respecto al ángulo θ (medido respecto al eje z) del campo magnético aplicado respecto a las capas del superconductor viene dada por[15]:

$$\frac{H_{c2}(\theta)}{H_{c2\perp}} \cos^2(\theta) + \frac{H_{c2}(\theta)}{H_{c2||}} \sin^2(\theta) = 1 \quad (1.25)$$

la cual es la ecuación de una elipse.

2. Si $\xi_{\perp} \ll d$, en este caso estaríamos en un régimen casi dos dimensional, donde las diferentes capas del superconductor estarán desacopladas. En este caso de baja dimensionalidad los campos magnéticos críticos paralelos y perpendiculares a las capas están dados por[15, 21]:

$$H_{c2||} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi_{||}d/\sqrt{12}} \quad (1.26a)$$

$$H_{c2\perp} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi_{\perp}^2} \quad (1.26b)$$

La dependencia con el ángulo del campo crítico sigue la misma expresión dada por 1.25, y la única diferencia entre estos dos regímenes aparece en el campo crítico paralelo a las capas, el cual no se ve afectado por la longitud de coherencia ξ_{\perp} .

3. Si $\gamma = \frac{\xi_{||}}{\xi_{\perp}} > 10$, estaremos en el caso de anisotropía extrema, la cual se encuentra usualmente en superconductores de alta temperatura crítica. En estos casos los vórtices superconductores tendrán un carácter dos dimensional, organizándose como discos en las

capas superconductoras, llamados vórtices tipo pancake. En este caso un campo inclinado puede dar origen a vórtices elípticos entre planos, llamados vórtices de Josephson[159, 160]. Los cuales son vórtices cuya corriente circulante se deriva, parte de las supercorrientes entre planos y parte de acoplamiento Josephson entre ellas.

La familia de los dicalcogenuros del grupo V, cuyas características generales se verán más adelante, exhiben una anisotropía intermedia entre un régimen tipo 1 y 2. En estos casos se puede presentar un cambio entre un régimen 3D a temperaturas cercanas a T_c a uno 2D a bajas temperaturas. Este tipo de cambios de régimen 3D a 2D fue medido experimentalmente en uno de los compuestos perteneciente a esta familia, el TaS_2 [23], donde el campo magnético crítico cambia de un comportamiento descrito por la ecuación 1.24 a uno descrito por la ecuación 1.26 a bajas temperaturas.

El objetivo de esta tesis es el estudio por medio de espectroscopía túnel de las propiedades superconductoras en compuestos de baja dimensionalidad. Para ello se construyó el sistema experimental que se expondrá en el siguiente capítulo, que consta de un microscopio túnel de alta resolución en un cristato de dilución, capaz de alcanzar temperaturas de hasta 50 mK. El microscopio túnel reposa en el centro de un imán superconductor capaz de generar altos campos magnéticos en todas las direcciones del espacio, lo cual es fundamental en el estudio de superconductores anisótropos.

Con este montaje se estudiaron cuatro diferentes compuestos laminares en el estado superconductor, bajo la influencia de campos magnéticos en diferentes direcciones del espacio. Tres de ellos pertenecen a la familia de los dicalcogenuros (TaSe_2 , TaS_2 y NbSe_2) los cuales son superconductores laminares que presentan un fuerte orden de carga en su estructura electrónica. El cuarto compuesto, LaSb_2 , pertenece a una familia diferente, los antimoniuros de tierras raras, que al igual que los dicalcogenuros es un superconductor con características dominadas por su carácter laminar.

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

Uno de los retos de la física experimental es conseguir alcanzar temperaturas extremas. En particular, el estudio de la superconductividad requiere temperaturas muy bajas. Para este fin una de las herramientas más poderosas es la técnica de dilución de ^3He en ^4He , que permite alcanzar de forma estable y duradera temperaturas cercanas al cero absoluto. Adicionalmente, algunas de las propiedades más interesantes de los superconductores aparecen en presencia de campos magnéticos externos. Estas propiedades superconductoras pueden cambiar respecto a la magnitud y dirección del campo magnético aplicado, por lo que su estudio requiere un control adecuado de éste. En el caso de los superconductores anisótropos, sus propiedades electrónicas dependen de forma crítica, de la dirección en la cual el campo es aplicado. El estudio de la superconductividad y su dependencia con el campo magnético a través de microscopía túnel requiere la combinación de tres técnicas experimentales: bajas temperaturas, altos campos magnéticos y microscopía túnel de alta resolución. Esta combinación es poco común, dada la dificultad de combinar las tres técnicas.

En este capítulo se explicarán los conceptos básicos de cada una de las técnicas experimentales usadas para el estudio y caracterización de diferentes materiales superconductores. Así como una descripción detallada del proceso de construcción del montaje experimental realizado en esta tesis, que combina las bajas temperaturas con la microscopía túnel, dentro de un sistema de boninas superconductoras capaces de generar campos magnéticos en cualquier dirección del espacio.

2.1. Refrigerador de dilución

El refrigerador de dilución fue propuesto por primera vez por Heinz London en la década de 1950[27], y el primer criostato de este tipo fue fabricado por P. Das, R. de Bruyn Ouboter, y K.W. Taconis en 1964[26]. El principio de funcionamiento de los refrigeradores de dilución se basa en las propiedades de la mezcla de dos isotopos de helio: ^3He y ^4He . La figura 2.1 muestra el diagrama de fases de la mezcla de ^3He y ^4He en función de la temperatura T y la concentración molar X de ^3He en la mezcla.

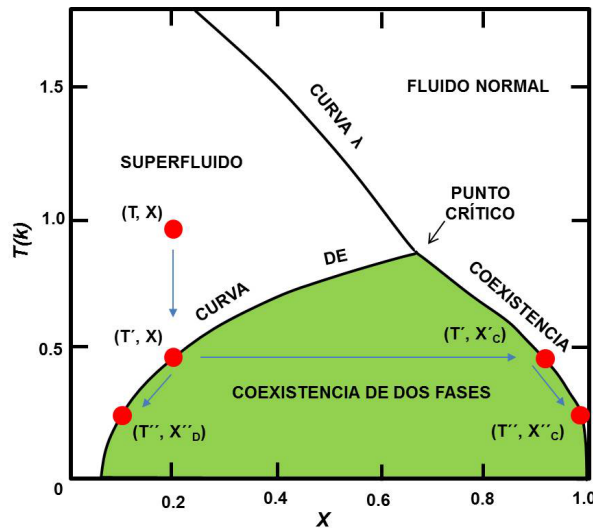


Figura 2.1: Diagrama de fases de la mezcla de $^3\text{He}/^4\text{He}$, donde X es la concentración de ^3He .

La curva λ separa el diagrama en tres zonas: la superfluida, la normal y la de coexistencia de dos fases. Por encima de la curva de coexistencia la mezcla puede ser superfluida o normal, mientras que por debajo la mezcla espontáneamente se separa en dos fases: una rica en ^3He llamada fase concentrada y otra rica en ^4He llamada fase diluida. La fase concentrada es menos densa que la diluida y flota sobre ésta. Para explicar el principio de enfriamiento, comenzamos con un punto del diagrama de fases (T, X) , según lo mostrado en la figura 2.1[31]. Si ahora la mezcla se enfría, se alcanzará el punto (T', X) donde el líquido se separa en dos fases. En este punto tenemos una fase concentrada a una temperatura T' y una concentración molar de ^3He igual a X'_c (T', X'_c) y una fase diluida a una temperatura T' y una concentración molar de ^3He igual a X (T', X). Si la temperatura sigue bajando, la cantidad molar de ^3He seguirá caminos diferentes en cada fase. El cambio de concentración de ^3He en la fase concentrada seguirá el camino indicado por la flecha que une los puntos (T', X'_c) y (T'', X''_c) , aumentando al disminuir la temperatura. Mientras que en la fase diluida, el cambio de concentración seguirá el camino indicado por la flecha que une los puntos (T', X) y (T'', X''_d) , disminuyendo al bajar la temperatura. Para temperaturas bajas, por debajo de 0.1 K, la concentración molar de ^3He alcanza su valor

máximo en la fase concentrada y mantiene un valor finito (de 6.4 % a temperatura cero) en la fase diluida, incluso en el cero absoluto en la fase diluida.

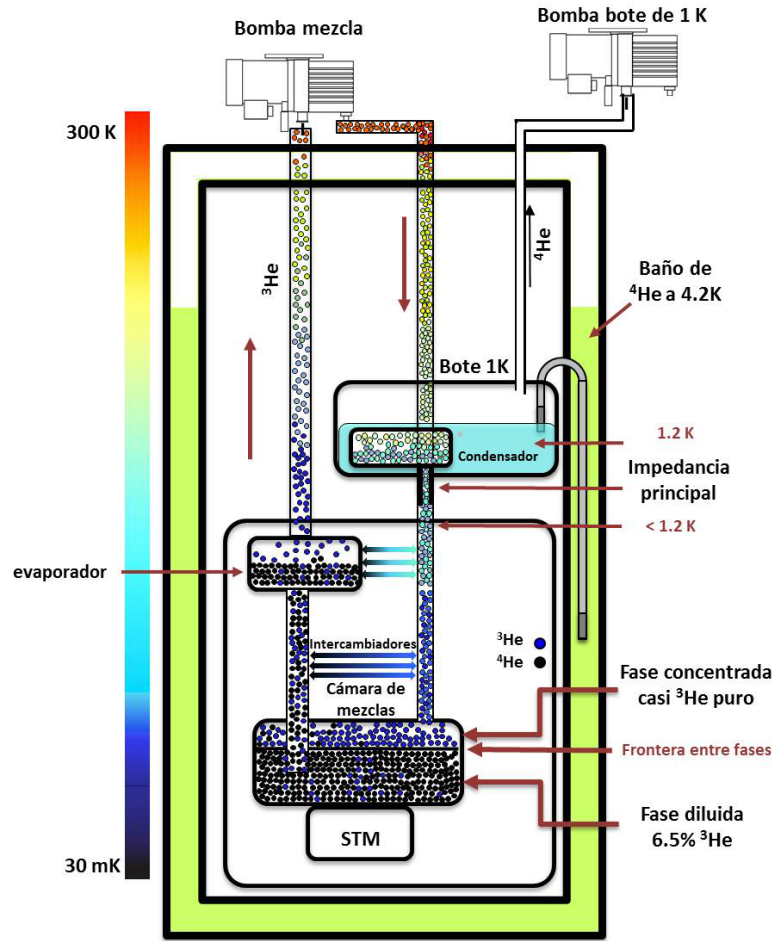


Figura 2.2: Diagrama esquemático de un criostato de dilución

El proceso de enfriamiento de la mezcla tiene lugar en el criostato de dilución, el cual es esquematizado en la figura 2.2. La mezcla alcanza la temperatura de la curva de coexistencia gracias al ciclo cerrado realizado por medio de la bomba de la mezcla, pasando a través del bote de 1 K, que la enfría por contacto térmico. La mezcla sale del bote de 1 K a una temperatura alrededor de 1.2 K y entra por la impedancia de flujo principal, la cual mantiene un gradiente de presión entre la entrada y la salida, reduciendo el flujo y manteniendo la presión de la mezcla mayor a su presión de vaporización. La mezcla líquida intercambia calor con el evaporador que está a una temperatura alrededor de 700 mK. Luego la mezcla entra en los intercambiadores de calor donde es enfriado por el líquido en la fase diluida que asciende hacia la bomba de la mezcla. Finalmente, entra en la cámara de mezclas donde sucede la separación de fases.

Los átomos de ^3He son fermiones con spin $1/2$ y están regidos por la estadística de

Fermi-Dirac, cumpliendo el principio de exclusión de Pauli. El ^4He líquido por debajo de 0.5K es superfluido y se comporta como un líquido inerte con pocos fonones excitados. En el equilibrio, el potencial químico parcial del ^3He de ambas fases es igual, es decir:

$$\mu_{3C}(T, X_C) = \mu_{3D}(T, X_D) \quad (2.1)$$

donde μ_{3D} y μ_{3C} es el potencial químico de la fase diluida y concentrada respectivamente. La ecuación 2.1 establece la condición de equilibrio entre las dos fases. Si $L_3(0)$ es el calor latente de vaporización del ^3He en la fase concentrada a $T=0$, entonces $L_3(0)/N_0$ (N_0 el número de Avogadro) es la energía requerida para remover un átomo de ^3He de la fase concentrada, es decir $L_3(0)/N_0 = -\mu_{3C}(0)/N_0$. la energía de enlace de un átomo de ^3He en ^4He líquido a $T=0$ K y $X_D=0$, sera $-\mu_{3D}(0)/N_0$. La dilución de átomos de ^3He desde la fase concentrada a la diluida ocurre, dado que, un átomo de ^3He está más fuertemente ligado (tiene mayor afinidad) dentro de ^4He líquido que dentro de ^3He líquido, es decir $\mu_{3D}(0,0)/N_0 > \mu_{3C}(0)/N_0$. Los átomos de ^3He cruzarán la frontera entre fases hasta que el potencial químico de estas se iguale, cumpliendo la condición de equilibrio dada por la expresión 2.1. En este punto no pueden existir más átomos de ^3He en la fase diluida, alcanzando su valor finito de equilibrio.

A temperaturas por debajo de 0.1 K, como muestra el diagrama de fases de la figura 2.1, la fase diluida alcanza su valor mínimo de 6.4 % de concentración molar de ^3He . Si se continua el bombeo en el evaporador sobre la fase diluida, debido a que el ^3He tiene una presión de vapor dos ordenes de magnitud mayor a la del ^4He , se extraerán en su mayoría átomos de ^3He . Esto hace aparecer una diferencia de presión osmótica entre la mezcla en el evaporador y la mezcla en la cámara, que genera un flujo de ^3He a través del tubo que une la cámara de mezclas con el evaporador. La concentración de ^3He en la fase diluida sufre una caída que rompe el equilibrio de la fase. Para restaurar el equilibrio impuesto por la ecuación 2.1, átomos de ^3He en la fase concentrada tienen que cruzar la frontera de fases hacia la fase diluida, ocupando los estados libres que dejaron los átomos de ^3He removidos, manteniendo la concentración de ^3He constante. Es decir que la fase concentrada actúa como reservorio de átomos de ^3He para mantener el equilibrio en la fase diluida. Al forzar el paso de átomos de ^3He de la fase concentrada a la diluida, se obtiene una absorción neta de energía que baja la temperatura del sistema. Todos los átomos de ^3He perdidos por la fase concentrada en el proceso de restablecimiento del equilibrio, son recuperados por el ciclo cerrado de flujo de ^3He . La potencia de enfriamiento en el proceso de dilución es directamente proporcional a la taza de átomos de ^3He que se extraigan de la fase diluida, y viene dada por:

$$\frac{\partial Q}{\partial t} = 84 \frac{\partial n}{\partial t} T^2 \quad (2.2)$$

donde $\frac{\partial n}{\partial t}$ es la taza de flujo molar de átomos de ^3He .

De esta forma, gracias al permanente bombeo de ^3He , que obliga el paso de átomos de la fase concentrada a la diluida, podemos alcanzar temperaturas cercanas al cero absoluto en la cámara de mezclas, y por consiguiente, en el microscopio de efecto túnel que está en contacto térmico con ésta. Este proceso en forma de ciclo cerrado, permite mantener el microscopio a temperaturas bajas de forma constante por tiempo indefinido, siempre y cuando el ciclo no se interrumpa.

2.1.1. Criostato de dilución

Para el desarrollo de esta tesis, se adquirió en el año 2010 un criostato de dilución Kelvinox modelo MX100 de la casa Oxford Instruments, con una temperatura base de 15 mK y una potencia de enfriamiento de $100\text{ }\mu\text{W}$ a 100 mK. En la figura 2.3 se muestra cada una de las partes del criostato empleado, junto con el microscopio de efecto túnel, el cual se instaló cerca de la cámara de mezclas usando una estructura de cobre.

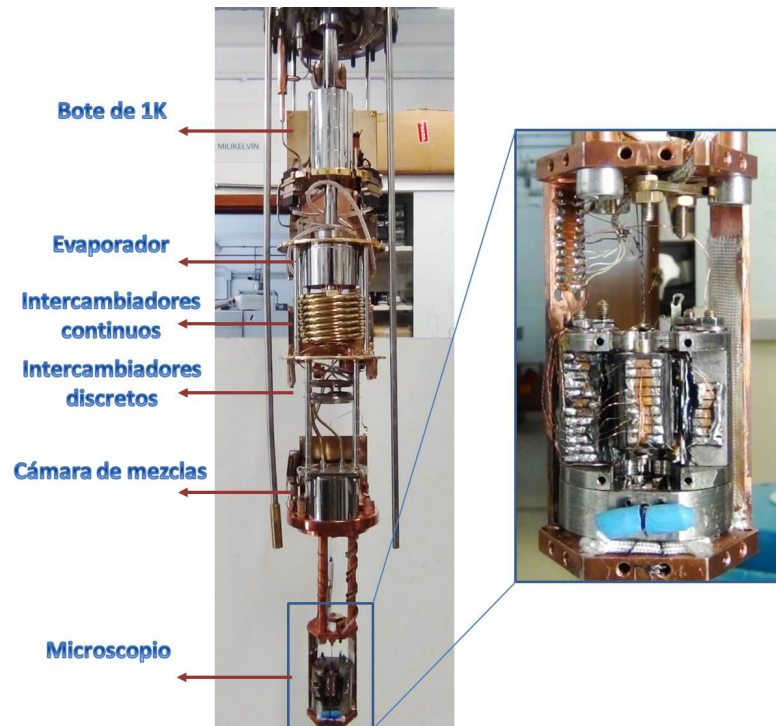


Figura 2.3: Criostato de dilución y microscopio de efecto túnel utilizados en esta tesis.

El criostato tiene 5 diferentes termómetros ubicados en cada una de las etapas de enfriamiento: dos de ellos cerca del bote de 1K, uno en el destilador, uno en la cámara de mezclas y uno cerca al microscopio. Calentadores en el evaporador y la cámara de mezclas permiten una variación controlada de la temperatura. Todo el control de temperatura se hace a través de un puente de resistencias y controlador de temperatura lakeshore modelo

370 con 16 canales de medida, el cual es controlado con un segundo ordenador con tarjeta de adquisición de datos GPIB. Adicionalmente, en la zona del bote de 1K hay una bomba de carbón activo con termómetro y calentador, que permite absorber los remanentes de gas, mejorando el control térmico y alcanzando bajas presiones.

Un punto de gran importancia, para conseguir la menor temperatura en el microscopio, es la correcta termalización de todos los componentes dentro del criostato. Para el transporte de señales eléctricas, tenemos a través del criostato, 16 líneas conductoras con apantallamiento de malla de acero, las cuales van desde un conector ubicado en la parte superior del criostato a 300 K hasta el microscopio que pretendemos enfriar. Para este fin, los cables deben estar térmicamente anclados a cada una de las etapas de enfriamiento, de forma tal que se consiga disminuir la transferencia de calor entre etapas. Para esto, en el LBTUAM desarrollamos un nuevo método de anclaje térmico, el cual consiste en usar placas de cobre dorado que generan el medio físico de transferencia térmica entre las diferentes etapas del criostato y las líneas conductoras. Las placas unen térmicamente diferentes porciones de cable con el bote de 1K, el evaporador, los intercambiadores de calor y la cámara de mezclas. Estas placas presionan los cables, como muestra la figura 2.4, atrapándolos en forma de zigzag. De esta forma el cable alcanza rápidamente el equilibrio térmico en la etapa de enfriamiento correspondiente. Después de termalizar el cable en cada etapa de enfriamiento, es importante mantener el mayor aislamiento posible entre etapa y etapa. La conducción térmica entre diferentes etapas a través de los cables, se hace principalmente por la malla de acero que los apantalla, la cual tiene una conductividad térmica menor a la del cobre. Adicionalmente, el cable, al salir de las placas que lo termalizan, tiene forma de espiral, maximizando la longitud de malla de acero entre placa y placa. Este aumento de la longitud de cable entre diferentes placas termalizadoras, disminuye la conductividad térmica entre las etapas de enfriamiento. Este método es más eficiente que el método tradicional de enrollar los cables en pequeñas barras de cobre en cada etapa de enfriamiento. En el método tradicional, el cable está en contacto térmico con la barra termalizadora solo por una de las caras del cable. El método de las placas mejora el contacto térmico al presionar el cable y aumenta al doble el área que está en contacto, duplicando el flujo de calor.

Cuando los cables salen de la última placa termalizadora en la cámara de mezclas, se enrollan y pegan con barniz sobre una de las columnas de la base de cobre del microscopio. Al llegar al microscopio, todas las líneas conductoras están a la misma temperatura de la cámara de mezclas, termalizando a su vez al microscopio. Además de las líneas conductoras, es necesario termalizar todos los cables de los termómetros y los calentadores. Para ello se usan barras de cobre atornilladas en cada etapa, donde los cables de termómetros y calentadores se enrollan y pegan con barniz.

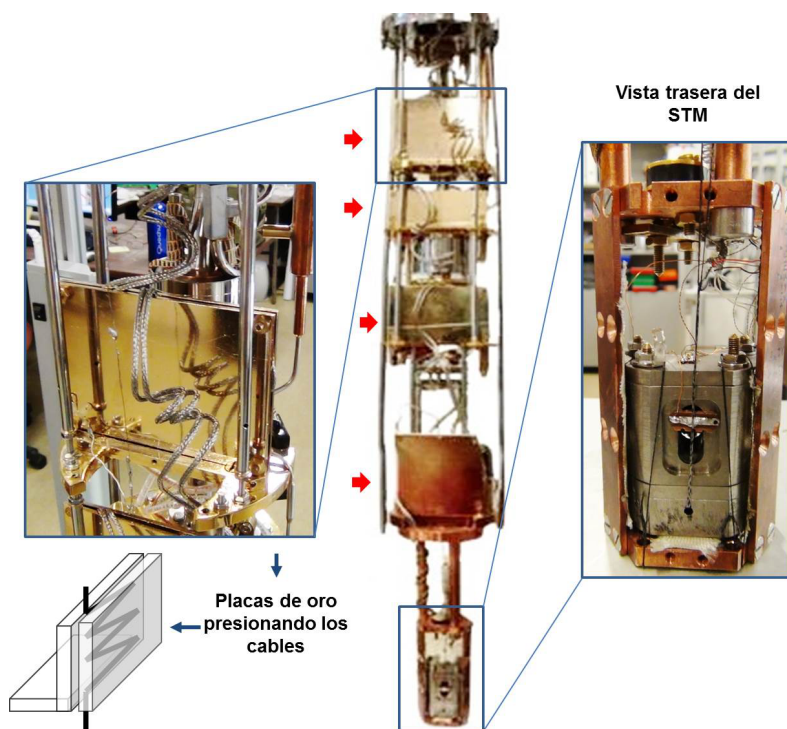


Figura 2.4: Vista trasera del criostato de dilución y el STM. Las placas de cobre dorado son usadas para termalizar los cables en las diferentes etapas de enfriamiento, presionándolos en forma de zigzag.

2.1.2. Sistema de control de gases

En el LBTUAM, con la ayuda del SEGAINVEX, se construyó todo el sistema de control de gases para el manejo de la mezcla de ^3He y ^4He necesaria para alcanzar temperaturas criogénicas. La figura 2.5 muestra el sistema de almacenamiento y control de la mezcla en su etapa final de construcción. Los tanques de la parte superior están encargados de almacenar la mezcla, mientras que el panel de control permite el ingreso del gas dentro del criostato de forma controlada, así como su recuperación de vuelta a los tanques. Para la manipulación adecuada de la mezcla se usan cuatro medidores de presión ubicados en las diferentes etapas de circulación de la mezcla, los cuales son registrados y monitoreados en los medidores de presión. Por medio del panel de control podemos hacer pasar la mezcla por una trampa de nitrógeno, antes de ingresar al criostato, garantizando que estará libre de impurezas que puedan atascar el circuito cerrado de bombeo expuesto en la figura 2.2. El sistema de vacío consta de una bomba rotatoria conectada a una difusora de aceite. Este sistema de vacío se usa para el bombeo previo al enfriamiento sobre la cámara que contiene el microscopio, así como para extraer el gas de cambio en la cámara al alcanzar la temperatura del helio líquido en el microscopio.

Entre el sistema de control de gases y el criostato de dilución hay una bomba de ^3He

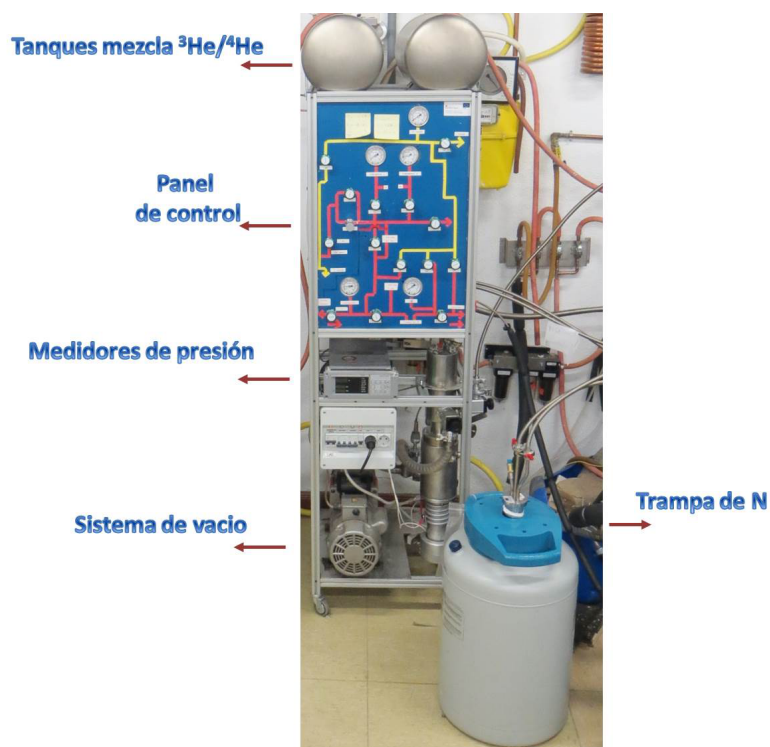


Figura 2.5: Sistema de almacenamiento y manejo de gases.

que forma un ciclo cerrado entre ambos. Este ciclo cerrado tiene un sistema de tubos y mangueras que suman más de 10 metros de longitud. Esto permite tener la bomba de ^3He en un cuarto separado fuera del laboratorio, tal que su vibración mecánica no afecte al microscopio. Adicionalmente, como muestra la figura 2.2, hay otra bomba de ^4He para el bote de 1 K, la cual está en el mismo cuarto fuera del laboratorio. Como se detallará más adelante, se usan diferentes técnicas para mantener un aislamiento de vibraciones mecánicas sobre el microscopio. Una de ellas es hacer pasar todas las líneas de bombeo (tanto para la mezcla como para el bote de 1 K) por cajas de arena antes de llegar al criostato, de modo que las vibraciones sean amortiguadas. Adicionalmente todas las mangueras que llegan al criostato, tanto las que transportan la mezcla como las que transportan ^4He , son de silicona. Esto permite reducir la transferencia de ondas mecánicas a través de las mangueras, y adicionalmente, aislar eléctricamente el sistema criostato-microscopio de las bombas de vacío.

La última etapa de puesta a punto del sistema de control de gases consistió en el cálculo y posterior llenado de los porcentajes adecuados de ^3He y ^4He , suficientes para alcanzar la temperatura más baja en la cámara de mezclas. Para esto se calculó el volumen adecuado de mezcla gaseosa, tal que, en el estado líquido, llenara la cámara de mezclas y parte del evaporador. Se obtuvo un valor óptimo de 10 litros de ^3He gas mezclados con 50 litros de ^4He gaseoso a una presión de 1 atmósfera.

2.2. Microscopía de efecto túnel

El microscopio de efecto túnel (STM por sus siglas en inglés) nació gracias a la combinación de dos hallazgos tecnológicos en los años 70; el topografiner de R. Young, J. Ward y F. Scire[32], y los experimentos de tuneleo de electrones hechos por E. Teague en su tesis doctoral[33]. El topografiner es un dispositivo que usa el efecto piezoeléctrico y la emisión de campo eléctrico de una corriente inducida en la muestra para escanear la superficie de ésta. Los experimentos de Teague demostraron la existencia de corrientes eléctricas a través de efecto túnel entre dos electrodos de oro separados y en vacío. En 1981 G. Binnig y H. Rohrer en los laboratorios de IBM combinaron estas dos técnicas para inventar el STM[34], estableciendo un nuevo hito en el mundo de la física experimental.

La esencia de la espectroscopía de efecto túnel radica en la medición de la corriente túnel que fluye entre una punta y una muestra separadas por una barrera de potencial. Controlando la posición espacial exacta de la punta respecto a la muestra, es posible crear imágenes de la superficie de la muestra con precisión picométrica. Adicionalmente, la medición de la conductancia túnel permite visualizar de forma directa la densidad de estados local (LDOS, por sus siglas en inglés) con excelente resolución espacial. En esta sección se expondrán los principios básicos de funcionamiento del STM, en particular, los fundamentos teóricos y el modo de operación del instrumento.

2.2.1. Principios teóricos de la microscopía túnel

El efecto túnel es un fenómeno cuántico en el cual una partícula puede penetrar una barrera de potencial mayor a su energía cinética. Cuando la punta del STM está lo suficientemente cerca de la superficie de la muestra y entre ellas hay una diferencia de potencial, aparece un solapamiento de las funciones de onda de los portadores de carga a punta y muestra. Esto permite que los electrones a uno de los lados (dependiendo del signo del voltaje) atraviese la barrera entre punta y muestra via efecto túnel. En 1961 Bardeen [9] propuso la teoría del efecto túnel, la cual fue aplicada al STM por Tersoff y Hamman [11] 20 años después.

En nuestro caso tenemos tres regiones a considerar: la punta, la muestra y el espacio entre punta y muestra, que actúa como barrera de potencial. Podemos definir el hamiltoniano de un electrón en alguna de estas zonas como:

$$H = -\frac{\hbar^2}{2m} \frac{\partial^2 \psi(\mathbf{r})}{\partial \mathbf{r}^2} + V(\mathbf{r})\psi(\mathbf{r}) \quad (2.3)$$

Donde ψ es la función de onda, \mathbf{r} la posición y $V(\mathbf{r})$ el potencial en el punto \mathbf{r} .

Resolviendo el Hamiltoniano en el caso unidimensional ($\mathbf{r} = Z\hat{k}$) para la zona de la muestra (o la punta) donde $\varepsilon > V$, se obtiene:

$$\psi(\mathbf{z}) = \psi(0)e^{\pm i k \mathbf{z}} \quad (2.4)$$

donde $k = \frac{\sqrt{2m(\varepsilon-V)}}{\hbar}$, ε es valor propio del Hamiltoniano y V el potencial de la muestra o la punta según sea el caso.

Para el caso de la zona de la barrera de potencial, en donde $\varepsilon < V(z)$, se obtiene:

$$\psi(\mathbf{z}) = \psi(0)e^{-K \mathbf{z}} \quad (2.5)$$

donde $K = \frac{\sqrt{2m(V(z)-\varepsilon)}}{\hbar}$ y $V(z)$ el potencial de la barrera.

La probabilidad de encontrar el electrón en cada una de las zonas es directamente proporcional a la norma al cuadrado de la función de onda para cada zona. En el caso de la muestra o la punta tenemos que la probabilidad de encontrar un electrón en algún punto z es:

$$P_{p,m} = |\psi(0)|^2 \quad (2.6)$$

Dentro de la barrera de potencial la probabilidad es:

$$P_B = |\psi(0)|^2 e^{-2Kz} \quad (2.7)$$

Es decir, existe una probabilidad finita de encontrar la partícula dentro de la barrera de potencial o incluso al otro lado de ella, este fenómeno recibe el nombre de efecto túnel.

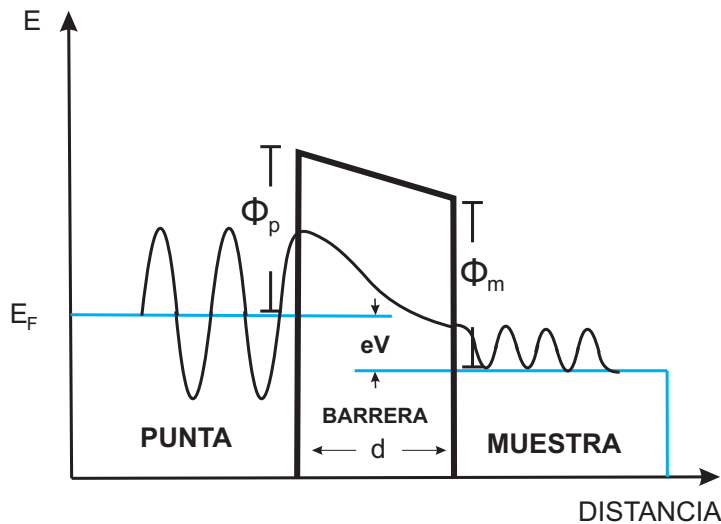


Figura 2.6: Proceso túnel entre una punta y una muestra a través de una barrera de potencial de ancho d y un voltaje positivo V aplicado a la muestra.

La situación antes descrita puede ser representada como se muestra en la figura 2.6. Ya vimos que es posible que un electrón en la punta o en la muestra penetre la barrera de potencial, y en las condiciones adecuadas, pueda atravesarla por completo. En nuestro caso lo que se desea es encontrar una corriente túnel entre uno y otro electrodo, por ejemplo; electrones en la punta que atravesando la barrera de potencial (vacío) lleguen a la muestra. Acorde al principio de exclusión de Pauli es necesario garantizar que los electrones encuentren estados vacíos a donde llegar, para lo cual es necesario una diferencia de potencial, llamada voltajes bias, entre la punta y la muestra. La figura 2.6 ilustra el caso en el que un voltaje positivo V es aplicado a la muestra, de forma que electrones en la punta en estados ocupados por encima de la energía de Fermi atraviesen la barrera de potencial en dirección a estados vacíos en la muestra. Esta corriente de tunelamiento es directamente proporcional a la suma de las probabilidades (ecuación 2.7) de que los n electrones con energía entre $E_F - eV$ y E_F crucen la barrera de potencial, es decir:

$$I \sim \sum_{E_F - eV}^{E_F} |\psi_n(0)|^2 e^{-2Kd} \quad (2.8)$$

donde $z = d$ es la distancia entre punta y muestra (ancho de la barrera túnel en el vacío). La suma de las probabilidades de que los n electrones con energía entre $E_F - eV$ y E_F crucen la barrera de potencial es igual al número de estados asequibles a esta energía. La densidad de estados local (LDOS) cerca al nivel de Fermi será el número de estados asequibles por unidad de volumen, que en el caso unidimensional esta dado por:

$$\rho(d, E_F) = \frac{1}{V} \sum_{E_F - eV}^{E_F} |\psi_n(0)|^2 e^{-2Kd} \quad (2.9)$$

De la ecuación 2.8 y 2.9 vemos que la corriente túnel cerca a la energía de Fermi es proporcional a la densidad de estados local:

$$I \sim \rho(d, E_F) \quad (2.10)$$

La dependencia exponencial de la corriente túnel con la distancia (ecuación 2.9) determina la resolución vertical de la microscopía túnel. La corriente túnel es extremadamente sensible a cambios de la distancia entre punta y muestra; de aquí que, combinando este fenómeno con el efecto piezoeléctrico, se consiga una resolución topográfica tan alta. Este es un modelo sencillo que funciona bien para voltajes bias pequeños, y que muestra la relación directa entre corriente túnel y LDOS. Un modelo más completo que tiene en cuenta la densidad de estados de punta y muestra por separado fue desarrollado por Bardeen usando teoría de perturbación dependiente del tiempo[35]. Bardeen obtiene las funciones de onda ψ_m y ψ_p de punta y muestra (de cada electrodo en la teoría original) resolviendo

la ecuación de Schrödinger para cada lado separadamente. Superponiendo estas funciones de onda, es posible obtener la matriz túnel M , que viene dada por[36]:

$$M = \frac{\hbar^2}{2m} \int_{\Sigma} (\psi_p^* \frac{\partial \psi_m}{\partial z} - \psi_m \frac{\partial \psi_p^*}{\partial z}) d\mathbf{S} \quad (2.11)$$

donde se integra sobre cualquier superficie Σ contenida dentro de la barrera. M está relacionada con la energía más baja de interacción entre las dos funciones de onda superpuestas, y su norma $|M|$ es la probabilidad de transmisión a través de la barrera. La corriente túnel puede ser evaluada sumando sobre todos los estados. Los electrones en punta y muestra siguen la distribución de Fermi, por lo que a un voltaje bias V , la corriente túnel total es:

$$I = \frac{4\pi e}{\hbar} \int_{-\infty}^{\infty} [f(E - eV) - f(E)] \rho_m(E - eV) \rho_p(E) |M|^2 dE \quad (2.12)$$

donde $f(E) = \{1 + \exp[(E - E_F)/k_B T]\}^{-1}$ es la distribución de Fermi. ρ_m y ρ_p son las densidades de estados de la muestra y la punta respectivamente. Si $k_B T$ es más pequeño que la resolución de energía requerida en la medida, la distribución de Fermi puede ser expresada como la función delta de Dirac, en cuyo caso la ecuación 2.12 puede ser expresada como:

$$I = \frac{4\pi e}{\hbar} \int_0^{eV} \rho_m(E - eV) \rho_p(E) |M|^2 dE \quad (2.13)$$

De este modo se encuentra que la corriente túnel se obtiene de la convolución de las densidades de estados de punta y muestra. Es decir que la LDOS de punta y muestra contribuyen de forma equivalente a la corriente túnel. En el caso de que uno de los dos (usualmente la muestra) sea un superconductor y el otro un metal con DOS constante, la corriente túnel, de acuerdo a la ecuación 2.13, puede ser expresada como:

$$I \sim \int_0^{eV} \rho_m(E - eV) dE \quad (2.14)$$

donde hemos asumido $|M|^2$ constante. Lo que es equivalente a:

$$\frac{dI}{dV} \sim \rho_m(E - eV) \quad (2.15)$$

donde $\frac{dI}{dV}$ es la conductancia túnel. Es decir, con una punta metálica la conductancia túnel es proporcional a la densidad de estados de la muestra. Por esto el STM puede ser usado como sonda espectroscópica (STS por sus siglas en ingles) para obtener la densidad de estados de la muestra con resolución espacial de orden atómico.

2.2.2. Funcionamiento del STM

Como se explicó en la anterior sección, la clave de la microscopía túnel es el fenómeno cuántico de tuneo de electrones entre punta y muestra, las cuales están separadas formando una barrera de potencial entre si. La idea básica de un STM es instalar una punta conductora, que actúa como sonda, en un material piezo-eléctrico capaz de deformarse en diferentes direcciones según el voltaje que se le aplica. En la figura 2.6 se muestra un esquema de un STM básico, con una punta instalada sobre un piezotubo capaz de deformarse en las tres direcciones espaciales. El piezotubo es un material piezo eléctrico fabricado en forma de tubo, con cuatro electrodos externos (+x, -x, +y, -y) para el desplazamiento en el plano x-y y un electrodo interno (z) para el desplazamiento en el eje z. Para desplazar la punta en la dirección x, se aplica un voltaje positivo en el electrodo +x y uno negativo del mismo valor en el electrodo -x, de la misma forma para la dirección y. En el caso de desplazamientos verticales se aplica un voltaje positivo en el electrodo z para elongar el piezotubo y uno negativo para encogerlo. De esta forma la punta puede escanear sobre la superficie de la muestra en el plano x-y siguiendo su altura o profundidad en el eje z.

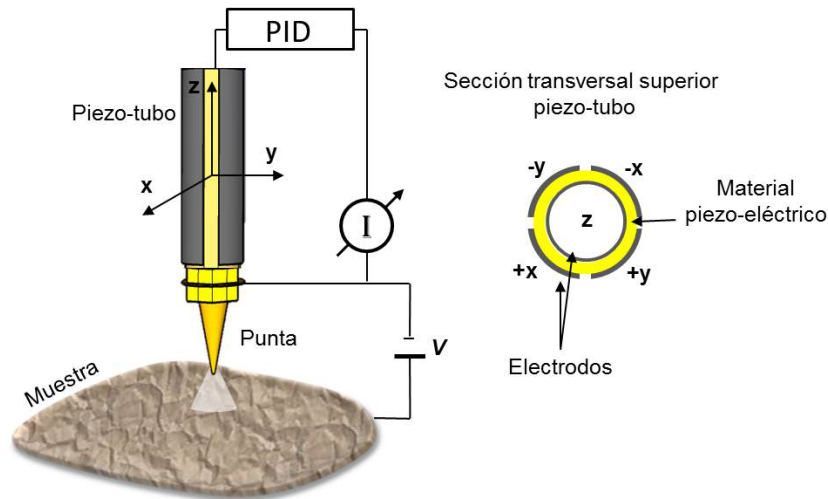


Figura 2.7: Representación esquemática de un microscopio de efecto túnel.

Aplicando un voltaje bias V entre la punta y la muestra, y acercándolas lo suficiente (usualmente algunos Angstroms) se logra medir la corriente túnel entre ellas. El STM tiene una excelente resolución espacial, que se demuestra usando la ecuación 2.10; para un metal típico ($k \sim 1\text{eV}/\text{\AA}$), una variación de 1 \AA en la distancia entre punta y muestra representa una variación de un orden de magnitud en la corriente túnel.

Como se explicó de forma teórica en la pasada sección, un STM permite observar la topografía y espectroscopia de una muestra a una escala local. Para las imágenes de topografía mostradas en esta tesis se usó el modo de corriente constante. En este modo,

la corriente túnel se mantiene constante usando un sistema electrónico de realimentación tipo PID, que ajusta la distancia vertical entre muestra y punta variando el voltaje aplicado al electrodo z del piezo-tubo. Esto hace que la distancia entre punta y muestra sea constante mientras se produce el escaneo. Dado que la punta sigue las corrugaciones de la superficie para mantener constante la distancia, la variación del voltaje aplicado al electrodo z necesario para mantener la corriente constante respecto a la posición de la punta, constituye un mapa tridimensional que reproduce la superficie de la muestra.

El otro modo de funcionamiento del microscopio corresponde a la medición de la densidad de estados locales de la muestra a diferentes energías. La densidad de estados es adquirida al medir la corriente túnel al variar el voltaje bias desde un valor negativo a uno positivo mientras la punta permanece en una posición espacial fija. Como muestra la ecuación 2.15, $\frac{dI}{dV}$ es una medida directa de la densidad de estados, que en el caso de una muestra superconductora, permitirá visualizar la forma del gap superconductor respecto al voltaje bias. Los dos modos de medición anteriores pueden ser combinados para obtener simultáneamente una imagen topográfica y un mapa espectroscópico de la superficie de la muestra.

Las imágenes simultaneas de espectroscopía y topografía se basan en la construcción de una matriz de $n \times n$ puntos distribuida sobre una superficie. La punta escanea sobre la superficie pasando por los n^2 puntos con una resistencia túnel $R_T = V_{bias}/I$ fija, registrando los cambio en altura, creando la imagen de topografía. En cada uno de los puntos de la matriz, la punta se detiene y el sistema de realimentación que mantiene la corriente túnel fija se apaga, permitiendo hacer una medida de corriente túnel en función del voltaje. Luego, el sistema de realimentación se enciende de nuevo y se continua el escaneo hacia el siguiente punto. El resultado es una imagen de topografía a corriente constante y simultáneamente una imagen de espectroscopía reconstruida a partir de los datos de dI/dV . Como el sistema de realimentación se apaga y la curva IV toma diferentes valores de voltaje, las imágenes de espectroscopía pueden ser reconstruidas para diferentes voltajes, lo que significa tener imágenes de densidad de estados a diferentes energías. Esto último constituye una poderosa herramienta para el estudio de las propiedades electrónicas de los materiales.

La posibilidad de medir la densidad de estados en la superficie de una muestra constituye una de las herramienta más potentes y versátiles para el estudio de redes de vórtices en materiales superconductores tipo II. La figura 4.11 muestra una representación esquemática de una red de vórtices medida con STM. Cuando la punta esta en una zona entre vórtices, el material es superconductor y la conductancia túnel (derivada de la corriente túnel respecto al voltaje) muestra el rango de energía donde no se mide corriente túnel, que corresponde al gap superconductor Δ . Cuando la punta entra en el vórtice, el gap empieza progresivamente a desaparecer, hasta que la conductancia adquiere otra

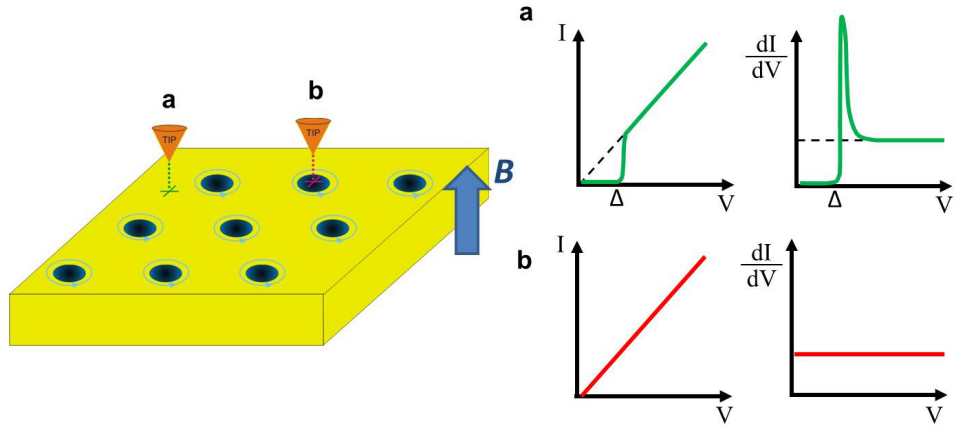


Figura 2.8: Esquema de una red de vórtices en un superconductor tipo II vista con STM. Cuando la punta está entre vórtices (a) se mide el gap superconductor, mientras que, cuando esta dentro de un vortice (b) el material es normal y la conductancia túnel es constante.

dependencia con el voltaje que discutiremos con detalle en esta tesis (en la figura se representa esquemáticamente una conductancia normal plana). Con toda la secuencia de curvas $\frac{dI}{dV}$ vs V tomadas en cada punto de la matriz, se reconstruyen imágenes que muestran la posición y forma individual de cada vórtice para diferentes valores de voltaje bias.

2.2.3. Electrónica de control del STM

El microscopio de efecto túnel requiere de un sistema de componentes electrónicos que suministre, controle y registre cada una de las señales necesarias para su funcionamiento, así como un sistema de adquisición y análisis de datos. Para el control del microscopio fue necesario cablear el criostato de dilución con cables que transporten todas las señales eléctricas desde conectores en la parte superior del criostato hasta el microscopio ubicado en una base de cobre anclada a la cámara de mezclas. Para un adecuado funcionamiento del STM a bajas temperaturas hay que conseguir la mayor reducción del ruido eléctrico.

Para la reducción del ruido eléctrico es necesario que todos los cables que transportan las señales hacia y desde el microscopio estén apantallados y debidamente trenzados. El cableado del criostato se hizo usando cables de 8 líneas apantallados, trenzados en pares y con un apantallamiento externo de maya de acero. Se usaron 4 metros de cable de cobre y manganina (con 8 líneas cada uno) desde el microscopio hasta diferentes conectores ubicados en la parte superior del criostato. Estos pares trenzados que transportan las señales tienen resistencias mayores a los 200 Ω , haciendo de éstos, filtros RC para altas frecuencias. Todas las señales son filtradas, adicionalmente, con capacitancias pasamuro instaladas en los conectores externos del criostato. Se usan cables de cobre o manganina,

dependiendo del tipo de señal que transportan. La conductividad térmica de la manganina es mucho menor a la del cobre, minimizando la transferencia de calor entre puntos que requieren de transporte eléctrico. Para señales robustas como las que van al piezotubo y las pilas, se usa manganina que tiene mayor resistencia y ofrece un mayor filtrado, mientras que para señales que requieren un mejor transporte eléctrico como la corriente túnel y el voltaje bias se usan cables de cobre que tienen menor resistencia.

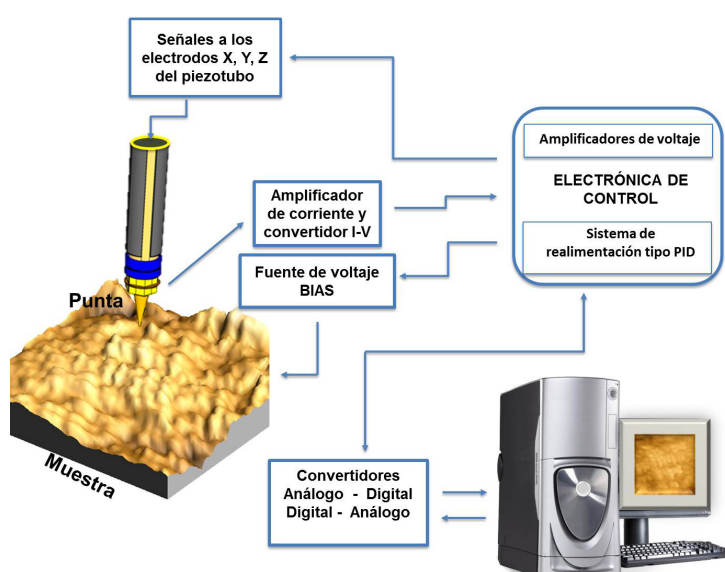


Figura 2.9: Esquema del sistema electrónico de control del STM

La figura 2.9 muestra una representación esquemática en diagrama de bloques de la electrónica de control del STM. Todas las señales que van y que vienen del STM pasan por una unidad electrónica de control construida en el SEGAINVEX que cuenta con una tarjeta PID que realimenta la señal de voltaje en el electrodo z para mantener constante la corriente túnel. La unidad de control tiene también amplificadores de voltaje para las señales que van a los electrodos del piezotubo y las pilas piezoeléctricas, así como dos fuentes de voltaje de bajo ruido que permiten generar señales de entre $\pm 10V$ que son usadas para el voltaje bias de la muestra y la rampa de voltaje aplicada al electrodo z en el proceso de limpieza de la punta. La señal de corriente túnel es amplificada y convertida a voltaje antes de pasar a la unidad de control, usando un amplificador y convertidor de corriente de ganancia variable. Todas las señales enviadas o recibidas por la unidad de control son controladas o adquiridas por el ordenador a través de convertidores analógico-digital y digital-analógico.

2.2.4. Microscopio de Efecto Túnel

El microscopio de efecto túnel, usado para obtener los resultados de esta tesis, se construyó en el LBTUAM en colaboración con el SEGAINVEX. Todas sus partes fueron fabricadas en titanio, el cual tiene ventajosas propiedades que lo hacen mecánicamente moldeable y ligero, pero suficientemente resistente. El titanio es paramagnético, con lo cual no interfiere en las mediciones con campo magnético externo. Este último punto es vital para este montaje, ya que nuestras bobinas superconductoras permiten rotar el vector de campo magnético en cualquier dirección. Por otro lado, el titanio tiene una dilatación térmica similar a la de los materiales piezoeléctricos empleados en el desplazamiento de la punta sobre la muestra. De esta forma se garantiza que los materiales piezoeléctricos se mantengan unidos de forma rígida a las piezas de titanio.

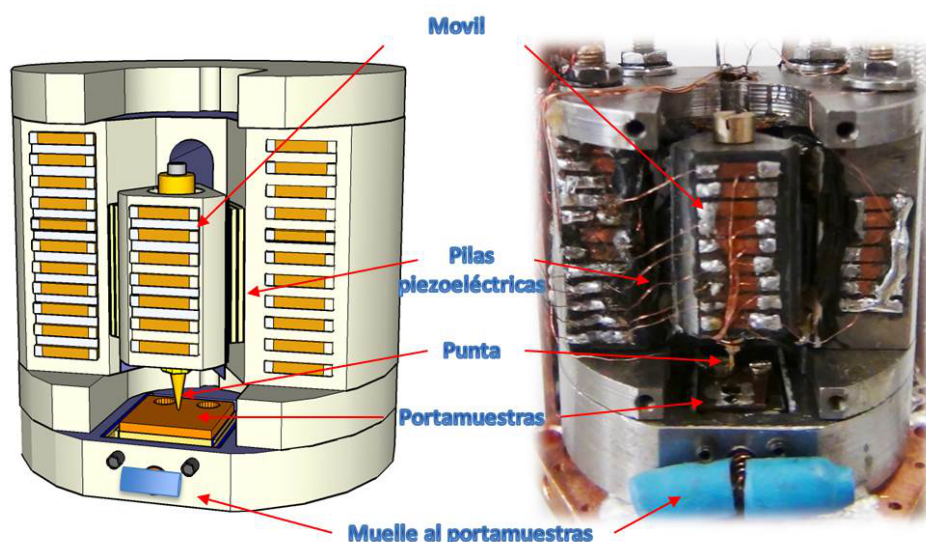


Figura 2.10: Partes del STM. (izquierda) Esquema del microscopio de efecto túnel (derecha) fotografía del microscopio.

La figura 2.10 muestra las diferentes partes del microscopio de efecto túnel, comparando un diseño esquemático con la fotografía del STM usado. En este diseño la muestra, ubicada en el portamuestras, mantiene una posición constante durante las medidas. La punta cuenta con dos movimientos, uno grueso para acercarse o alejarse de la muestra, y uno fino para escanear sobre su superficie. La punta está instalada sobre un piezotubo, como muestra la figura 2.7, el cual está dentro de una pieza cilíndrica llamada móvil. El móvil es la pieza responsable del movimiento grueso del STM, el cual puede desplazarse hacia arriba o abajo gracias a un conjunto de pilas piezoeléctricas ubicadas a los costados de éste, alcanzando desplazamientos de hasta 5 mm. El piezotubo se encarga del movimiento fino de la punta, permitiendo que ésta escanee la superficie de la muestra. La deformación del

piezotubo en una determinada dirección se consigue aplicando una diferencia de potencial entre los electrodos correspondientes a dicha dirección. El valor de la deformación depende del valor del voltaje aplicado y de las características geométricas del piezotubo. En nuestro caso, a la temperatura base del criostato, podemos barrer una ventana de hasta $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ en el plano y alcanzar desplazamientos verticales de hasta 250 nm en el eje z, aplicando diferencias de potencial de hasta 280 V entre electrodos.

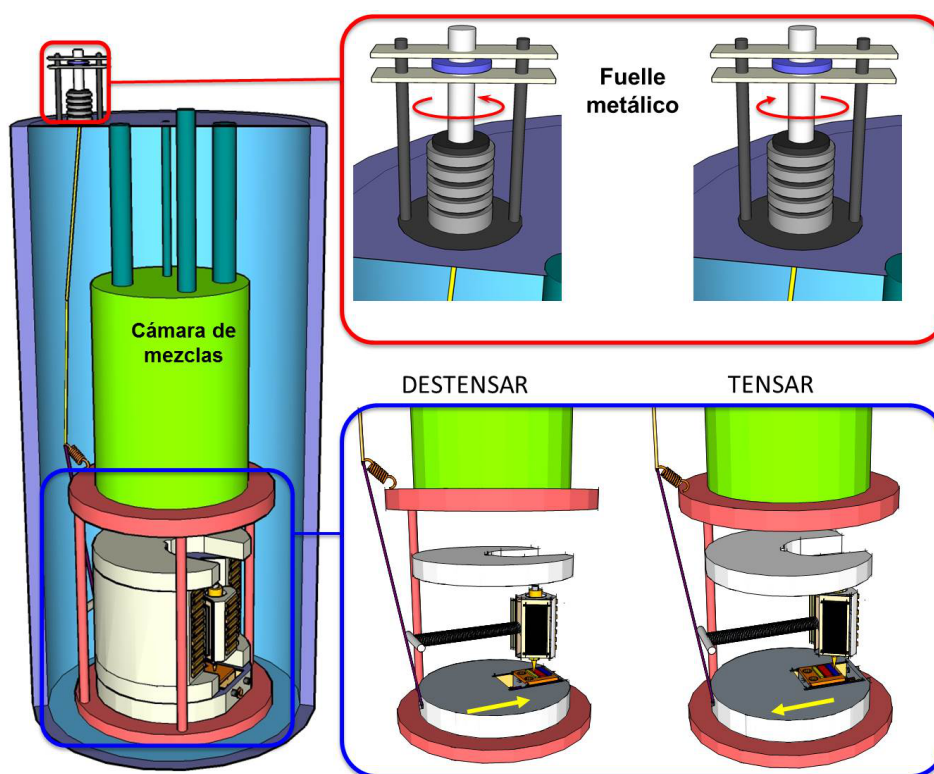


Figura 2.11: Esquema del sistema de posicionamiento macroscópico. El fuelle metálico instalado en la parte superior del criostato tensa o destensa el hilo de acero cambiando la posición del portamuestras respecto a la punta.

El microscopio cuenta adicionalmente con un sistema de posicionamiento macroscópico, desarrollado en el LBTUAM[38], que permite el desplazamiento del portamuestras respecto a la punta. Con este sistema es posible barrer diferentes zonas de una misma muestra y cambiar la posición de la punta entre muestras montadas en el mismo portamuestras. Este sistema consiste de una pieza móvil llamada patín que recibe al portamuestras. El patín puede deslizarse sobre un carril fresado en la pieza inferior del STM con el uso de alúminas lubricadas. El patín está atado y tensado por sus dos extremos como muestra la figura 2.11. Por un lado está atado con un hilo de acero que puede ser tensado desde fuera del criostato a través de un tornillo de precisión que expande un fuelle metálico; y por el otro lado se mantiene unido al microscopio con un muelle de acero que permite que

el patín regrese a su posición inicial. De esta forma, roscando el tornillo de precisión en el exterior, la posición de la punta respecto al portamuestras cambia en un rango máximo de 6 mm, espacio suficiente para montar muestras de diferentes tipos. Todas las posiciones de la punta respecto al portamuestras son reproducibles tensando o destensando el hilo de acero con el tornillo de precisión.

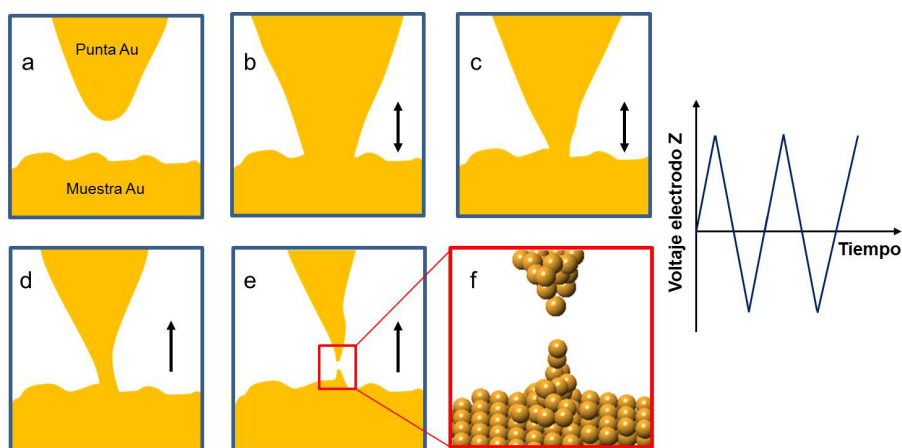


Figura 2.12: Proceso de limpieza y afilamiento de la punta de oro en alto vacío. La punta en (a) se acerca a la muestra hasta que en (b) entra en contacto. Se aplica una serie de rampas (derecha) sobre el electrodo z del piezotubo, de forma tal que, punta y muestra se deforman elásticamente (b,c,d) con múltiples indentaciones. Este proceso da lugar a la formación de un cuello conector entre ambos, al retirar la punta de la muestra el cuello se rompe dejando la punta atómicamente afilada.

Gracias al sistema macroscópico de posicionamiento es posible preparar y limpiar la punta a temperaturas criogénicas y alto vacío. En nuestro caso siempre se usaron puntas de hilo de oro de 0.5 mm de diámetro afiladas mecánicamente con tijeras quirúrgicas y estériles. Para su preparación y limpieza a bajas temperaturas, como se muestra en la figura 2.12, se utilizó un método para preparar y obtener puntas afiladas atómicamente mediante las técnicas de control del STM a bajas temperaturas[37]. Para ello se monta en el portamuestras una muestra del mismo material de la punta, en nuestro caso oro, adicionalmente a las muestras a ser estudiadas. Antes de empezar el estudio de las muestras, la punta se ubica sobre la muestra del mismo material y de forma controlada se estrella sobre ésta. Como la punta se presiona sobre la muestra, los dos electrodos se deforman plásticamente y se enlazan por fuerzas cohesivas, formando un cuello conector entre ambas (ver figura 2.12 b, c, d). Al alejar lentamente la punta de la muestra, se forma un cuello fino que se elonga plásticamente, el cual eventualmente se rompe, dejando una punta sin óxido afilada atómicamente.

2.3. Bobina de tres ejes

En el LBTUAM, con la colaboración el SEGAINVEX, se construyó un electro-imán superconductor de campo magnético vectorial. Este imán consta de cinco bobinas, como se muestra en la figura 2.13, una para el eje z y cuatro para el plano x - y . Las bobinas están sujetas a un cuerpo de aluminio que permite mantenerlas en la configuración geométrica mostrada en el esquema de la figura 2.13. Los solenoides han sido bobinados con alambre superconductor de niobio titanio de 0.52 mm de diámetro y temperatura crítica superconductora de 10 K.

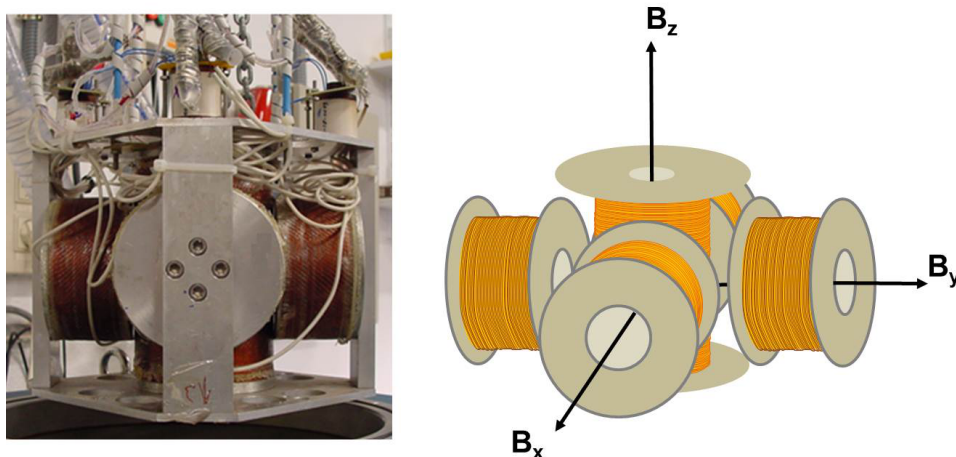


Figura 2.13: electro-imán superconductor de campo magnético vectorial.

Las dos bobinas del eje x están conectadas en serie de tal forma que su campo magnético se superponga en el centro, obteniendo un campo magnético resultante en el eje x , de forma similar con las bobinas del eje y . Con una corriente de 80 A se obtiene un campo magnético máximo de 1.2 T en el plano x - y (medido en el centro geométrico de las bobinas) y de 5 T en el eje z . Con esta corriente de 80 A en todas las bobinas, que genera el campo magnético máximo, la bobina z sufre un torque magnético con magnitud de aproximadamente 21×10^3 Nm (más de 2 toneladas metro) en la dirección del plano x - y . La estructura que soporta las bobinas, hecha de aluminio, fue diseñada para soportar esta y todas las fuerzas magnéticas inducidas por las propias bobinas.

Con la configuración mostrada en la figura 2.13 es posible tener un vector de campo magnético tridimensional capaz de rotar 360° con una magnitud entre 0-1.2 T. Como la bobina del eje z puede producir mayor campo que las del plano, para valores de campo magnético superiores a 1.2T el área efectiva de rotación se reduce. Por ejemplo, para el caso de campo magnético máximo en z de 5 T, un vector de campo magnético con esta magnitud, podrá rotar en el volumen del cono azul de la figura 2.14a, donde el ángulo de apertura del cono con respecto a z es 13.5° y la componente de campo en el plano es de

1.2 T, el campo máximo generado por las bobinas x-y. Para campos magnéticos menores, el ángulo de apertura se hace mayor hasta alcanzar su valor máximo de 90° convirtiéndose en una esfera con radio de 1.2 T.

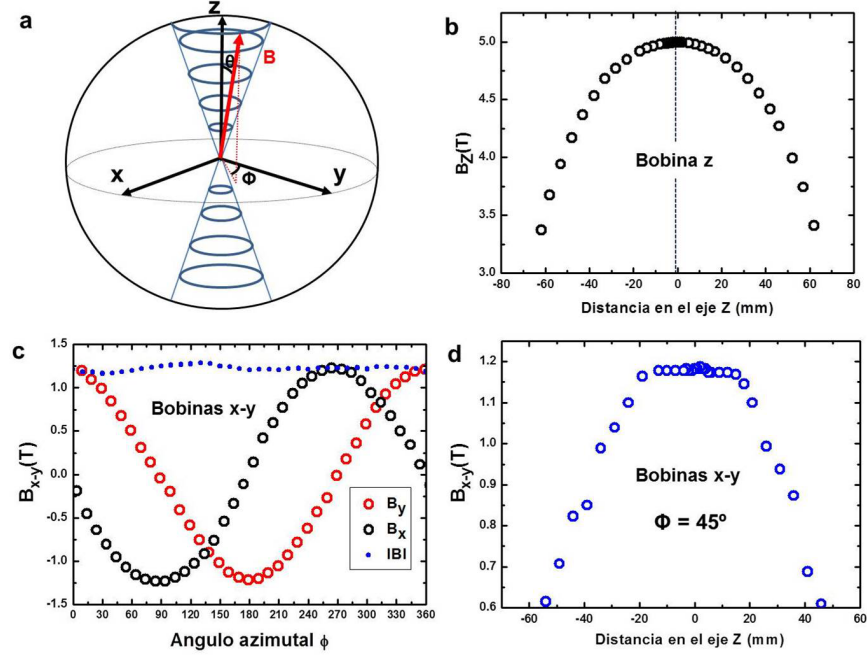


Figura 2.14: (a) Representación del volumen efectivo (cono azul) del vector de campo magnético para campos generados por la bobina z mayores al campo máximo que pueden generar las bobinas x-y. (b) Medida del campo magnético máximo generado por la bobina z respecto a su distancia axial interna. (c) Campo magnético máximo generado por las bobinas x-y en el centro geométrico del imán respecto al ángulo azimutal ϕ en el plano. (d) Campo magnético máximo generado por las bobinas x-y respecto a la distancia axial, para un ángulo constante en el plano de $\phi = 45^\circ$.

En la figura 2.14 b y c se muestra la variación espacial, dentro de las bobinas, del campo magnético máximo generado por las bobinas superconductoras. La medición se hizo a una temperatura de 4.2 K, con sensor de efecto Hall axial para el campo generado por la bobina z y sensor transversal para el campo generado por las bobinas x-y. El campo en la dirección z se midió aplicando una corriente de 80 A en la bobina z, luego se varió la posición del sensor Hall dentro del eje de la bobina z, tomando como cero su centro geométrico. Se observa que el campo magnético en el eje de la bobina z es máximo en su centro y puede ser considerado constante en un rango de ± 10 mm respecto a este punto, con una variación máxima en este rango menor al 0.4 %. El campo magnético generado por las bobinas x-y se midió aplicando una corriente de 80 A en cada par de bobinas, luego se rotó el sensor Hall transversal alrededor del centro geométrico de éstas. Se tomó como ángulo $\phi=0$ la posición donde el sensor estaba ubicado en frente a la bobina y. La suma vectorial de las dos medidas (puntos azules de la figura 2.14c) muestra la uniformidad

del campo magnético en el plano, el cual se mantiene relativamente constante respecto al ángulo azimutal ϕ , variando un porcentaje máximo de 4 % al rededor de su valor esperado de 1.2 T. Esta medida se realizó rotando el sensor Hall sobre su eje, lo que pudo moverlo ligeramente del centro geométrico, aumentando el error de la medida. Este campo, respecto a la distancia axial, se mantiene constante, como muestra la figura 2.14d, una distancia de ± 20 mm respecto al al centro geométrico. El STM esta ubicado dentro del electroimán, de forma tal que la posición de las muestras coincide con el centro geométrico de las bobinas, donde el campo magnético es máximo y uniforme.

El imán de tres ejes (figura 2.13) fue diseñado para reposar en el fondo de un dewar de ^4He usando el insert mostrado en la figura 2.15. La bobina esta atada en el fondo de dicho insert a través de tornillos de acero. Esta estructura cumple tres funciones: permitir insertar o remover la bobina del dewar, proveer el camino para los cables de alimentación de ésta y soporta el criostato de dilución de forma que el STM repose en el centro geométrico de las bobinas. Las bobinas son alimentadas eléctricamente con cables trenzados de cobre a través de los conectores A, B y C. Otros sistemas similares usan varillas rígidas de cobre para alimentar las bobinas, pero usando cables trenzados de cobre como en nuestro caso se obtiene una menor transferencia de calor desde el exterior a 300 K a la bobina a 4.2 K.

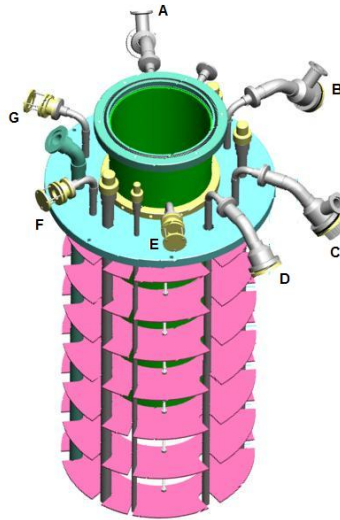


Figura 2.15: Insert para el imán de tres ejes. E, F y G son válvulas de seguridad para ^4He , las bobinas son alimentadas eléctricamente a través de A, B y C usando trenzas de cobre.

El helio gas que es evaporado del interior de dewar, a una temperatura un poco mayor de 4.2 K, es recuperado a través del mismo camino (conectores A, B y C de la figura 2.15) por el que pasas los cables de cobre trenzados que alimentan la bobina. Esto sirve de sistema de enfriamiento constante para los cables, bajando su temperatura y reduciendo

también la transferencia de calor con el exterior. Cuando se aplican corrientes eléctricas grandes a las bobinas, a través de estos cables, éstos tienden a calentarse, aumentando la tasa de evaporación de helio. Este helio evaporado pasa por el camino de los cables, enfriándolos de nuevo, de esta forma la temperatura de los cables permanece baja aunque fluyan por ellos corrientes altas.

2.3.1. Fuente de alimentación

Para la alimentación eléctrica del imán se construyó en el SEGAINVEX una fuente de corriente bipolar múltiple de 100 A, mostrada en la figura 2.16, capaz de alimentar las bobinas de forma independiente. Esta triple fuente de alimentación es digitalmente programable y controlable desde el ordenador, permite cambiar la corriente en las bobinas desde -100 A a +100 A con una resolución de 0.1 A. De esta forma el ángulo del campo magnético respecto a la muestra es perfectamente controlable en todas las direcciones del espacio. La fuente cuenta con un sistema de refrigeración a través de ventilación y un sistema de ciclo cerrado de agua. La fuente cuenta con un programa de control, desarrollado en el SEGAINVEX, a través del puerto USB del ordenador.



Figura 2.16: Fuente de corriente bipolar múltiple para la alimentación del electro-iman de tres ejes contruida en el SEGAINVEX.

Las bobinas superconductoras poseen un modo de operación llamado modo persistente, que permite cerrar el circuito de alimentación que viene de la fuente, atrapando la corriente dentro de las bobinas. El bobinado se convierte en un bucle cerrado superconductor, de forma que la fuente puede ser apagada y el campo magnético generado por la corriente en la bobina permanece. Este método da la ventaja de tener campos magnéticos sin alimentación eléctrica durante horas, días o incluso meses. El circuito se cierra a través de un interruptor hecho con una pieza de material superconductor que conecta las terminales

de la bobina entre sí y está en contacto térmico con un calentador. Cuando la fuente alimenta las bobinas, el calentador calienta la pieza superconductora por encima de su temperatura crítica, haciéndolo resistivo. De esta forma la corriente fluye a través del bobinado que no presenta resistencia al estar en el estado superconductor. Para entrar en el modo persistente, una vez alcanzado el valor de corriente deseado (dependiendo del campo que se quiera aplicar), el calentador se apaga, haciendo que la temperatura del interruptor baje y entre en estado superconductor. Cuando el interruptor está en el estado superconductor la bobina queda cortocircuitada y la corriente atrapada, la fuente puede apagarse sin perder el campo magnético. Este modo persistente puede ser activado o desactivado, de forma controlada, desde la misma fuente de alimentación. Se proporciona más información sobre las especificaciones de la fuente y los esquemas eléctricos en el apéndice A.

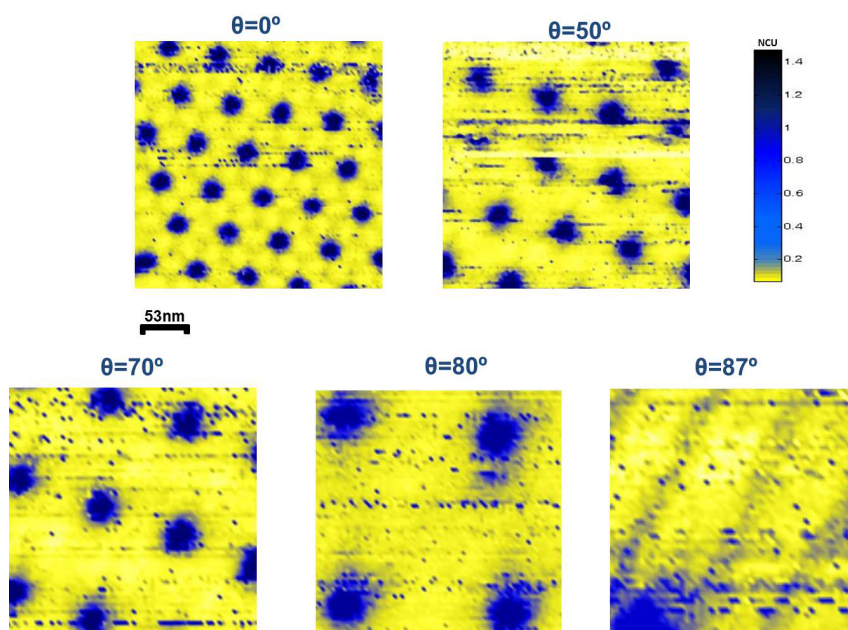


Figura 2.17: Red de vórtices superconductores del NbSe_2 para diferentes ángulos del vector de campo magnético con respecto a la superficie de la muestra.

A modo de ejemplo del tipo de estudios que se pueden llevar a cabo en un STM/S de bajas temperaturas equipado con un imán vectorial, La figura 2.17 muestra la red de vórtices superconductores del superconductor NbSe_2 , para diferentes ángulos del vector de campo magnético aplicado con respecto a la superficie de la muestra. la magnitud del campo aplicado fue de 0.6 T, y el vector de campo magnético fue rotado variando la corriente aplicada en cada una de las bobinas. Como muestra la figura, la densidad de vórtices superconductores disminuye al aumentar el ángulo del campo magnético aplicado y su red se deforma, a causa de la anisotropía del superconductor, en la misma dirección

en la que rota el campo. Este estudio de la dependencia de la red vortices respecto de la dirección del vector de campo magnético aplicado en NbSe_2 será expuesto en el capítulo 3.

2.4. Montaje experimental

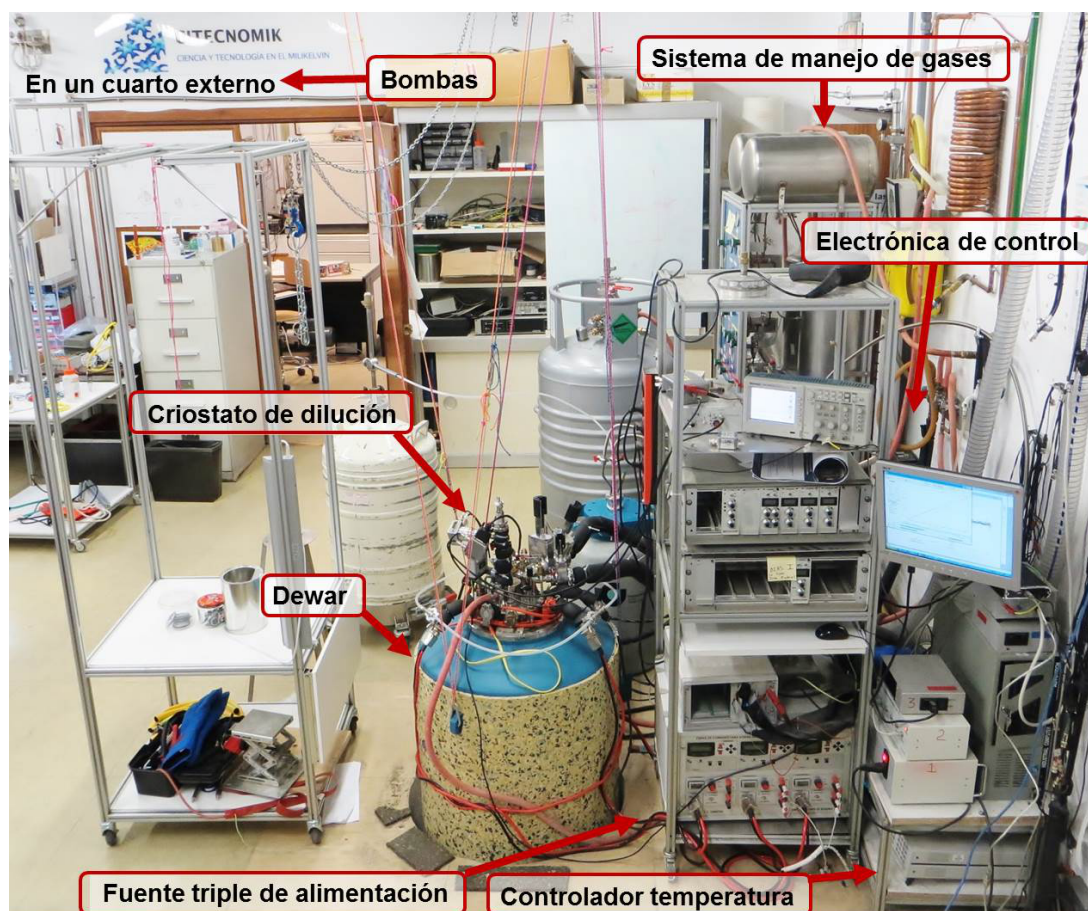


Figura 2.18: Fotografía del sistema experimental.

En la figura 2.18 se muestra una fotografía del sistema experimental en su etapa final de construcción. En ésta se puede ver el criostato de dilución dentro del dewar de ^4He , el sistema de manejo de gases construido en el laboratorio, la electrónica de control del STM, el controlador de temperatura lakeshore 370 para los 5 diferentes termómetros y la fuente triple de alimentación del imán superconductor de tres ejes. Las bombas de vacío para el funcionamiento del sistema de dilución están en un cuarto fuera del laboratorio a más de 5 metros del experimento. Esta medida fue tomada con el objetivo de reducir las vibraciones mecánicas en el microscopio. El sistema principal de amortiguamiento consiste en suspender todo el dewar, que contiene al criostato y al imán, del techo del laboratorio

con cuerdas de fibra de nailon. De esta forma el sistema dewar-criostato-bobinas nunca toca el suelo del laboratorio, quedando suspendido con cuerdas que ofrecen un sistema de amortiguamiento para el STM.

2.5. Conclusiones

Se construyó un microscopio de efecto túnel de alta resolución, montado en un criostato de dilución, dentro de un electro-imán de campo magnético vectorial. El sistema permite enfriar hasta una temperatura mínima de 30 mK y aplicar campos magnéticos sobre la muestra de 1.2 T en todas las direcciones del espacio, y de hasta 5 T en la dirección perpendicular de la superficie de la muestra. Se ha reducido el ruido mecánico sobre el STM con el uso de tubos de silicona para el bombeo de la mezcla y el ^4He . Se mejoró el sistema de termalización de los cables que transportan las señales eléctricas dentro del criostato, usando una nueva técnica de termalización por etapas. Se construyó un sistema nuevo de soporte de bobina que favorece el enfriamiento de los cables de alimentación del imán. Se contruyó y calibro un sistema de solenoides que permite obtener un vector de campo magnético homogéneo en el espacio donde están las muestras. Se construyó un nuevo sistema de alimentación de las bobinas, con programa de control a través del puerto USB del ordenador.

Estados localizados en mono-capas de dicalcogenuros de tántalo

3.1. Introducción

El interés en materiales inorgánicos de baja dimensionalidad fue despertado por las exóticas propiedades del grafeno, reportadas recientemente[44]. La estructura de las bandas electrónicas del grafeno tienen una dispersión lineal cerca del punto K de la superficie de Fermi (SF), con un transporte de carga que puede describirse en términos de fermiones de Dirac sin masa. El grafeno abrió la puerta de un sin número de nueva física[45] convirtiéndose en el único material de espesor mono-atómico eléctrica y térmicamente conductor, con alta movilidad de portadores y exóticas propiedades moleculares de barrera[46, 47]. La investigación del grafeno y otros materiales bidimensionales ha abierto la posibilidad de fabricar nano-dispositivos, tales como transistores, fotodetectores y electroluminiscentes que empleen sus propiedades ópticas y electrónicas para su funcionamiento. Este reciente interés en los materiales que presentan propiedades de confinamiento dimensional en sus propiedades electrónicas, ha despertado nuevamente, el interés de la comunidad científica en la familia de los dicalcogenuros. Estos compuestos son materiales que crecen en capas con una muy baja interacción entre ellas, permitiendo obtener, a través de exfoliación mecánica, capas del orden de la celda unidad. Estas mono-capas obtenidas con exfoliación favorecen la aparición de propiedades físicas complementarias a las observadas en el grafeno que podrían, incluso, ser aún más prometedoras para las aplicaciones tecnológicas[56, 57]. A pesar de que los dicalcogenuros se han estudiado durante medio siglo, la obtención de capas con espesores atómicos donde aparece una física diferente a la observada en el material volumétrico, es un tópico nuevo que cada vez atrae más miradas de la comunidad científica.

La familia de los dicalcogenuros del grupo V, conformada por el TaSe_2 , TaS_2 , NbS_2 y NbSe_2 , han sido objeto de numerosas investigaciones, dadas sus interesantes propiedades estructurales y electrónicas[42]. Se caracterizan por presentar transición al estado superconductor a bajas temperaturas, con valores de temperatura crítica de 0.15 K, 0.8 K, 6 K y 7.2 K respectivamente. Esta familia es un grupo de superconductores únicos, no solo por su baja dimensionalidad, sino también porque la superconductividad, en tres de ellos (TaSe_2 , TaS_2 y NbSe_2), coexiste con una fase que modula y ordena su estructura electrónica, llamado onda de densidad de carga (ODC). Esto los convierte en compuestos ideales para el estudio de las propiedades superconductoras en sistemas de baja dimensionalidad, así como el de la interacción de ésta con la ODC. El desarrollo de nuevas técnicas criogénicas que permiten alcanzar temperaturas del orden de los mili Kelvin, de forma estable y prolongada, permite el acceso experimental a la fase superconductora de estos compuestos, que como veremos en este capítulo, abren nuevas e interesantes posibilidades para el estudio de la superconductividad en sistemas de baja dimensionalidad.

En este capítulo se presentará un estudio espectroscópico a bajas temperaturas, realizado en dos superconductores pertenecientes a la familia de los dicalcogenuros, TaSe_2 y TaS_2 . Primero, se discutirán las propiedades estructurales y electrónicas de la familia de los dicalcogenuros, haciendo hincapié en estos dos compuestos, para luego presentar los resultados experimentales que evidencian la aparición de nuevas propiedades superconductoras en monocapas de dichos compuestos.

3.2. Superconductividad en otros sistemas de baja dimensionalidad

La superconductividad de baja dimensionalidad ha sido estudiada, principalmente, en películas ultra-delgadas de elementos puros[48, 49, 50, 51]. Estos estudios en películas de Pb, Si y Ge usando mediciones de transporte, magnetismo y espectroscopia túnel han revelado nuevas propiedades de la superconductividad en el límite dos dimensional. Entre estas se encuentran oscilaciones cuánticas del parámetro de orden y la densidad de estados a E_F en función del espesor de la muestra. Estas oscilaciones cuánticas fueron medidas de forma directa con microscopía de efecto túnel[49] en películas de Pb, donde las propiedades superconductoras del Pb seguían siendo robustas y bien definidas en muestras de solo cinco capas de espesor, mostrando un comportamiento BCS. Un trabajo posterior[50], mostró que la temperatura crítica superconductora en películas ultradelgadas de Pb crecida sobre Silicio, se reducía rápidamente al alcanzar un espesor por debajo de cinco capas atómicas. Se mostró también que en este límite de espesor, la superconductividad se ve fuertemente influida por el sustrato en el que se crece la película, de forma que la reducción de T_c podría estar relacionada con esta interacción. Por otra parte, teórica-

mente La reducción en la temperatura crítica al reducir la dimensionalidad es atribuida a una interacción fonón-electrón diferente a la presente en el bulk[52, 53]. Adicional a este trabajo, Zhang y sus colaboradores[51] encontraron superconductividad en películas de Pb crecidas sobre silicio, de solo un átomo de espesor. A pesar de que este trabajo se considera la demostración experimental de que la superconductividad aparece en el límite más pequeño de confinamiento bidimensional, se encontró que ésta es debida no solo a la interacción entre átomos de Pb, sino que también tiene un aporte proveniente del enlace covalente entre Pb y átomos de Si del sustrato.

Adicionalmente, en un trabajo reciente se encontró superconductividad en mono-capas del superconductor de alta temperatura crítica FeSe, crecidas sobre sustratos de SrTiO_3 [54]. En este trabajo se encontró, en sentido opuesto a las películas delgadas, un considerable aumento de la temperatura crítica en las mono-capas de FeSe. Un trabajo posterior[55], basado en este descubrimiento, estudio la superficie de Fermi de mono-capas de FeSe con espectroscopía de fotoemisión (ARPES por sus siglas en inglés), encontrando que las mono-capas de FeSe sufren cambios en su estructura electrónica respecto a la observada en el bulk.

3.3. Estructura cristalina del TaSe_2 y el TaS_2

Los dicalcogenuros del grupo V son una familia de compuestos con la forma estructural MX_2 , donde M es un metal de transición y X un elemento calcógeno (S, Se ó Te). Su estructura cristalina está formada por bloques X-M-X compuestos por una capa atómica del metal de transición entre dos capas atómicas del elemento calcógeno. Los bloques están ligados internamente por enlaces covalentes fuertes, mientras que entre bloques el enlace es de tipo van der Waals débil. Por esta razón es sencillo exfoliar su superficie, quitando sus últimas capas atómicas con cinta adhesiva. El método de exfoliación mecánica permite obtener regiones grandes atómicamente planas, con superficies formadas por el átomo del elemento calcógeno. En el caso de los compuestos estudiados en este capítulo, TaSe_2 y TaS_2 , sus últimas capas estarán formadas por átomos de Se o S respectivamente. La fuerza débil de interacción entre bloques X-M-X permite que los compuestos puedan cristalizar en diferentes politipos cristalinos, caracterizados por el tipo de coordinación entre los átomos del metal de transición y el tipo de simetría de la celda unidad. Las diferentes formas en que los bloques se apilan se representan con un número y una letra. El número, representa la cantidad de capas en la celda unidad, y la letra, el tipo de simetría de la estructura (T-trigonal, H-hexagonal, R-romboédrica). Para el caso del TaSe_2 y el TaS_2 , como muestra la figura 5.6, los bloques pueden cristalizar en la fase 2H con coordinación prismática entre los átomos de Ta, o en la fase 1T con coordinación anti-prismática. La fase 2H presenta una estructura cristalina hexagonal y dos capas por celda, mientras que

la fase 1T presenta una estructura cristalina trigonal y una capa por celda.

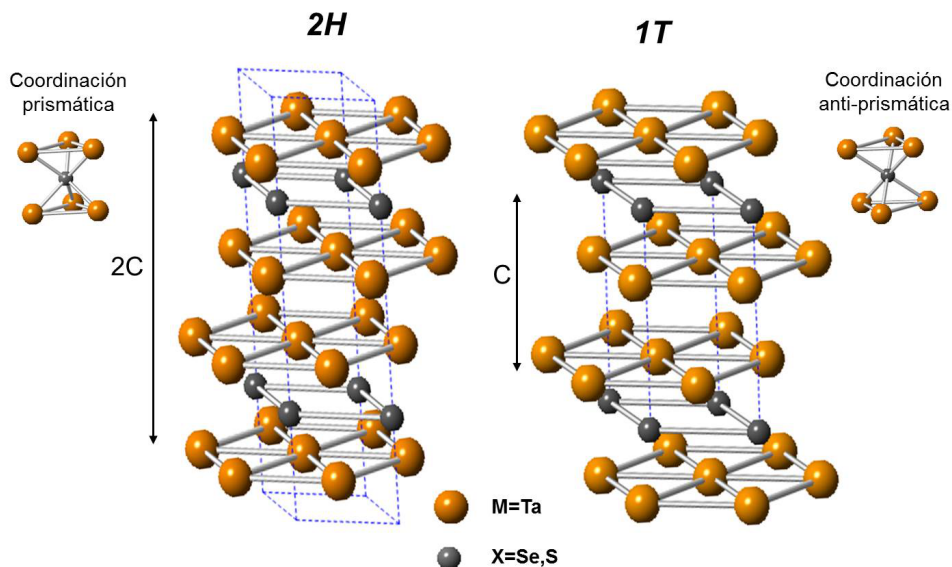


Figura 3.1: Politipos cristalinos del TaSe_2 y TaS_2 .

3.4. Propiedades electrónicas de los dicalcogenuros de tántalo.

Las propiedades electrónicas de los dicalcogenuros de tántalo (TaSe_2 y el TaS_2) difieren entre sí dependiendo del tipo de fase del cristal. Ambos compuestos en la fase 2H tienen una superficie de Fermi similar, presentan una transición a un estado de onda de densidad de carga (ODC) con un vector en la SF en la misma dirección y exhiben transición al estado superconductor que coexiste con el estado de ODC. De forma equivalente, la fase 1T de ambos compuestos, tiene una ODC con vector en la misma dirección y un comportamiento metálico sin estado superconductor. La principal diferencia entre el TaSe_2 y el TaS_2 son sus temperaturas de transición las cuales difieren notablemente. En esta sección se resumirán las principales propiedades electrónicas de estos compuestos, haciendo especial hincapié en la fase 2H, la cual presenta superconductividad, cuyo estudio es el objetivo de este capítulo.

3.4.1. Onda de densidad de carga

La onda de densidad de carga es una modulación de la densidad de electrones de conducción en un metal, con una asociada modulación de las posiciones de la red atómica. El modelo más sencillo que explica distorsiones en la red atómica inducidas por los electrones de conducción es el modelo de Peierls[65]. Aunque solo es válido en una dimensión, es

útil repasar este modelo para entender esta fase. Consideremos un metal unidimensional con energía de Fermi E_F a una temperatura $T = 0$ K. Como muestra la figura 3.2, su estructura electrónica consiste de bandas con fronteras y gap en $k=\pi/a$, donde “a” es el parámetro de red. En este caso, para $k_F < \pi/a$, la densidad electrónica en función de la posición es constante, con sus estados electrónicos llenos hasta el nivel de Fermi.

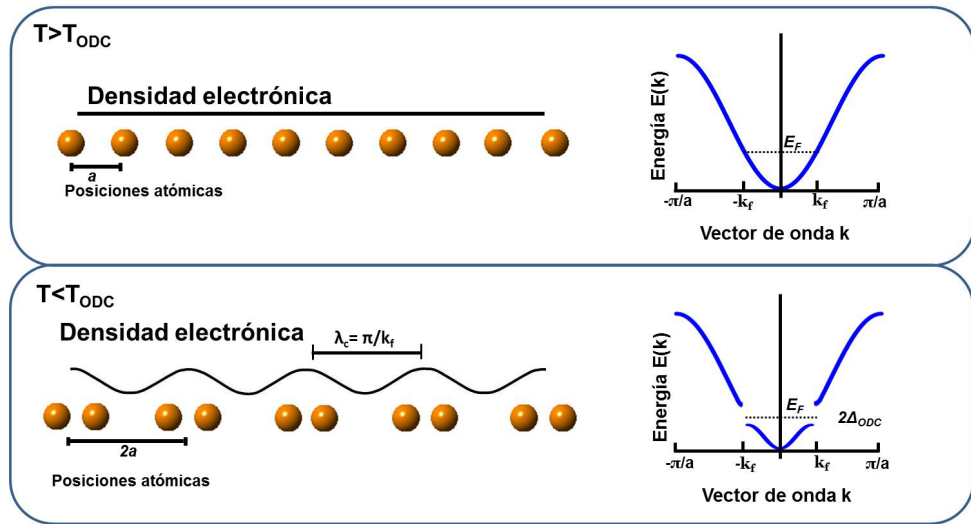


Figura 3.2: Representación unidimensional de la formación de la onda de densidad de carga. Por encima de la temperatura de transición la densidad de carga es constante. Por debajo aparece un gap en la superficie de Fermi que genera una modulación en la densidad de carga, la cual abre un gap en la superficie de Fermi.

Suponiendo que se introduce una modulación extra sobre la red atómica con una longitud de onda $\lambda = \pi/k_F$, se establecerá una nueva periodicidad sobre la red cristalina. Esta nueva periodicidad modifica la estructura electrónica abriendo gaps Δ_{ODC} en las nuevas fronteras $\pm k_F$. Este proceso genera una modulación espacial sobre la densidad de electrones de conducción, de la misma naturaleza que la introducida por la red, con un vector de onda en el espacio recíproco $\vec{q} = 2\vec{k}_F$. Al introducir un gap en los bordes de zona, que coinciden con la energía de Fermi, se consigue reducir la energía de los estados ocupados, reduciendo así la energía total del sistema. La energía elástica necesaria para modular la red atómica es menor que la ganada con la introducción del gap, de forma tal, que la situación con modulado extra sobre la red atómica, conocido como estado de onda de densidad de carga, es el estado con menor energía y por consiguiente el estado base del sistema a bajas temperaturas. A altas temperaturas la ganancia energética es reducida por las excitaciones térmicas sobre los electrones que ganan energía y pueden cruzar el gap, de forma que el sistema es más estable en un estado metálico convencional. Esta transición del estado metálico al ODC y viceversa es conocido como transición de Peierls.

El TaSe_2 en la fase 2H exhibe una transición al estado de ODC a una temperatura crítica $T_{CDW} = 122$ K y la fase 1T a 473 K. En el caso del TaS_2 las temperaturas críticas de las fases 2H y 1T corresponden a 78 K y 543 K respectivamente[42].

La ODC puede ser visualizada a través del STM tomando imágenes topográficas de resolución atómica en la superficie de material. Esto gracias a que las imágenes topográficas son un mapeo de la densidad de estados en la superficie a una energía constante. Gracias a la modulación de carga que sufre el material, su densidad de estados a una energía constante varía respecto a la posición atómica. De esta forma, las imágenes topográficas revelan los cambios de la densidad de carga en la superficie, asignando contrastes diferentes en la escala de color de la imagen.

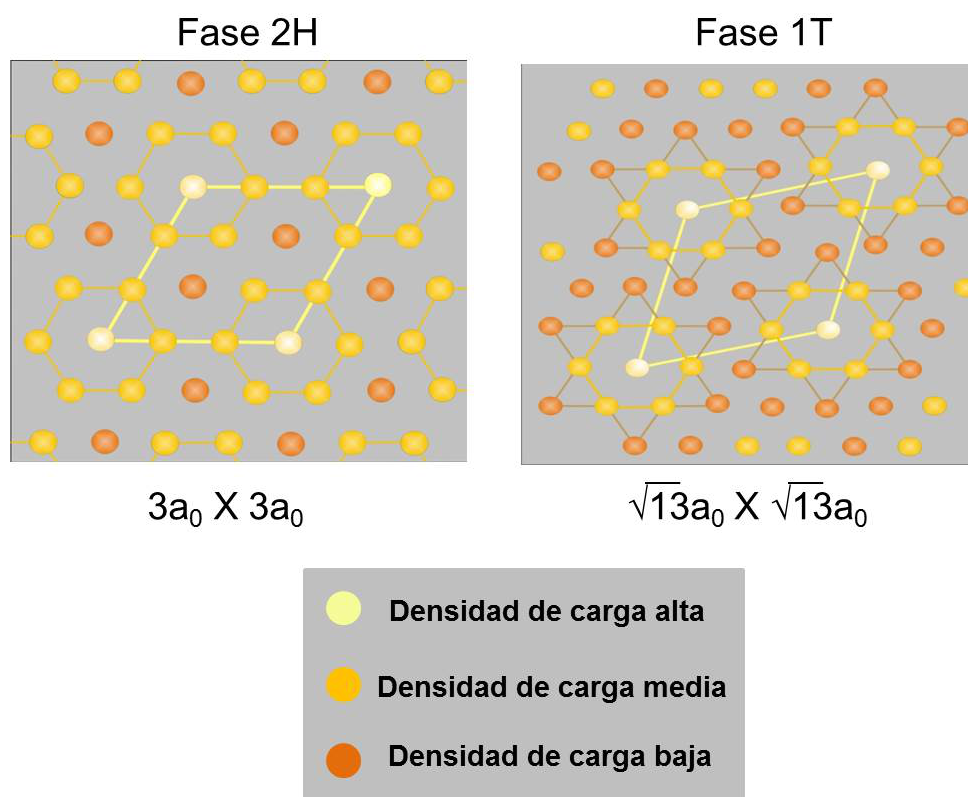


Figura 3.3: Representación esquemática de la ODC en el TaSe_2 y TaS_2 para sus diferentes fases estructurales. La ODC altera la distribución de carga sobre los átomos de Se o S en la superficie, siguiendo el código de color mostrado en la parte inferior. La ODC en las fases 2H y 1T forman una super-red sobre la red cristalina de $3a_0 \times 3a_0$ y $\sqrt{13}a_0 \times \sqrt{13}a_0$ respectivamente, donde a_0 es el parametro de red en el plano a-b.

A bajas temperaturas la ODC del TaSe_2 y TaS_2 tienen la misma forma y han sido largamente estudiadas teórica y experimentalmente[42, 59, 62, 66, 67]. La figura 3.3 muestra la forma de la ODC a bajas temperaturas en los dos compuestos, para cada una de sus fases. El orden de carga en la fase 2H tiene una super-red conmensurada a la red atómica

de $3a_0 \times 3a_0$ (donde $a_0 = 3.43 \text{ \AA}$ es el parámetro de red en el plano), alineada en la misma dirección de los vectores cristalográficos, formando la red periódica mostrada en la parte superior de la figura 3.3. En la fase cristalina 1T, la ODC a bajas temperaturas tiene una super-red conmensurada a la red atómica de $\sqrt{13}a_0 \times \sqrt{13}a_0$ rotada 13° respecto a los ejes cristalinicos, formando las estrellas de David mostradas en la parte derecha de la figura 3.3. La distorsión máxima en la red cristalina producida por la ODC es de $0.015a_0$ para la fase 2H y de $0.07a_0$ para la 1T[62]. La ODC es una herramienta fundamental para el desarrollo de la investigación presentada en este capítulo, ya que nos permite, a través de imágenes de resolución atómica, saber que tipo de fase estructural presenta la superficie de nuestras muestras.

3.4.2. Superficie de Fermi

La superficie de Fermi del TaSe_2 en la fase 2H (de ahora en adelante 2H- TaSe_2) es esencialmente bidimensional, la cual ha sido bien estudiada experimental y teóricamente[59, 81, 62] y comparte casi la misma estructura con la superficie de Fermi del 2H- TaS_2 [58]. Dada la similitud entre ambas, se usará la misma representación esquemática mostrada en la figura 3.4 para explicar la superficie de Fermi de los dos compuestos.

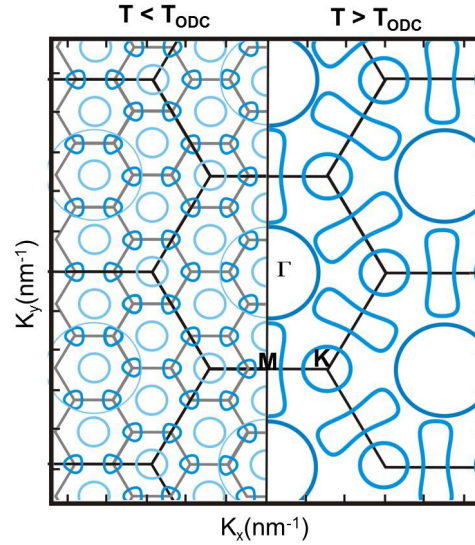


Figura 3.4: Superficie de Fermi del 2H- TaSe_2 y 2H- TaS_2 cortada en el plano ΓMK antes y después de la transición al estado ODC.

Como se mostró en la anterior sección, ambos tienen una ODC con la misma estructura pero diferente temperatura crítica, la cual cambia significativamente la superficie de Fermi. Por encima de la temperatura de transición a ODC la SF tiene secciones tipo “pancake” centradas en los puntos Γ y K de la zona de Brillouin y secciones “dogbones” alrededor

de los puntos M , que vienen de dos bandas diferentes derivadas de los electrones d del Ta. Por debajo de la transición a ODC la zona de Brillouin se reduce en un tercio, las secciones en Γ permanecen intactas, mientras que las de K se destruyen. En las secciones tipo “dogbones” en M , aparece un gap que las rompe (posiblemente proveniente del fuerte acoplamiento “spin-orbit” del Ta), parte de ellos formando triángulos redondeados alrededor de los nuevos puntos Γ y el resto formando secciones circulares alrededor de los nuevos puntos K [64, 68]. En estas nuevas secciones alrededor de los puntos K , existe un vector de nesting $\vec{q}=2/3 \Gamma \vec{M}$ que une las superficies de las regiones circulares. La aparición de este vector de nesting, con una periodicidad de 3×3 sobre la SF, se ve reflejada en una modulación sobre la red atómica con la misma periodicidad, dando lugar al gap de ODC en la estructura electrónica. Aún no es claro si este nesting en la SF es el responsable de la transición al estado de ODC o si es el estado de ODC el que da origen al vector de nesting [63].

3.4.3. Propiedades superconductoras

Todos los compuestos de la familia de los dicalcogenuros del grupo V (TaSe_2 , TaS_2 , NbSe_2 y NbS_2) en la fase 2H se caracterizan por presentar superconductividad a bajas temperaturas. Las propiedades superconductoras de esta familia, tales como campo crítico, corriente crítica y magnetización muestran un alto grado de anisotropía. Esta anisotropía es la manifestación del carácter bidimensional de su estructura cristalina y electrónica, que permite considerar a estos compuestos como superconductores casi dos dimensionales. El compuesto de esta familia más estudiado en la fase superconductora es el 2H-NbSe₂, del que se hablará en el siguiente capítulo. El 2H-TaSe₂ y 2H-TaS₂ son los compuestos menos estudiados en el estado superconductor. El caso particular del TaSe₂ es el más crítico, con tan solo un par de trabajos que muestran evidencia de superconductividad por debajo de los 200 mK. Esta temperatura crítica tan baja es, sin duda, la razón de los pocos estudios realizados en este material en el estado superconductor.

Dentro de los pocos estudios realizados en la fase superconductora del TaSe₂, se encuentran mediciones de resistividad y susceptibilidad magnética que reportan temperaturas críticas entre 150 a 200 mK [42, 69, 70] con un campo crítico de 1.4 mT para campos magnéticos perpendiculares a la superficie de la muestra y de 4.1 mT para campos paralelos. Con estos datos (usando $H_{C\parallel}=\phi_0/2\pi\mu_0\xi_{\parallel}\xi_{\perp}$ y $H_{C\perp}=\phi_0/2\pi\mu_0\xi_{\parallel}^2$) se estiman longitudes de coherencia de $\xi_{\perp}=0.16 \mu\text{m}$ y $\xi_{\parallel}=0.49 \mu\text{m}$, las cuales son grandes comparadas con las de otros superconductores bidimensionales (por ejemplo, $\xi_{\perp}=20 \text{ nm}$ en el NbSe₂). Adicionalmente, se encontró que al inducir defectos a través de irradiación sobre el 2H-TaSe₂, la temperatura crítica puede aumentar hasta un orden de magnitud [71].

Por otro lado, el TaS₂ presenta una temperatura de transición al estado superconductor un poco más alta, alrededor de 0.8 K [42, 72]. Estudios de microscopia túnel muestran que

este superconductor en capas puede exhibir temperaturas críticas más altas, por encima de los 1.5 K[73]. Respecto a los valores de campo crítico y longitud de coherencia existe poco consenso para este compuesto. En mediciones de resistividad[74] se encuentra por extrapolación a temperatura cero $H_{C2}=150$ mT para campos paralelos y $H_{C2}=20$ mT para campos perpendiculares, con lo cual se obtiene $\xi_{||}=139$ nm, mientras que con mediciones de calor específico[75] se encuentra $\xi_{||}=96$ nm.

El objetivo de este capítulo es el estudio experimental a través de STM/S de los dicalcogenuros de tántalo en el estado superconductor. Para ello, en la siguiente sección, se presentarán los resultados experimentales obtenidos primero en el 2H-TaSe₂ y luego en el 2H-TaS₂, finalizando el capítulo con paralelo entre ambos.

3.5. Resultados Experimentales

Los resultados experimentales obtenidos en los dicalcogenuros de tántalo fueron realizados en el montaje experimental expuesto en el capítulo 2. Los estudios topográficos y espectroscópicos se realizaron a una temperatura mínima de 150 mK. Las muestras de TaSe₂ y TaS₂ fueron crecidas con la técnica de transporte de flujo de yodo en los laboratorios de E. Coronado (Valencia, España) y L. Cairo (Nantes, Francia). Las muestras fueron pegadas con epoxy de plata sobre portamuestras de cobre y posteriormente exfoliadas en condiciones ambiente con cinta adhesiva, removiendo unas cuantas capas atómicas de la superficie. Luego de una inspección óptica de las muestras, se inicia el proceso de enfriamiento en alto vacío. Como punta del microscopio se usó hilo de oro de 0.5 mm de diámetro, afilado a temperaturas criogénicas y alto vacío, como se mostró en la sección 1.2 del capítulo 2.

3.5.1. Densidad de estados en 2H-TaSe₂

La primera caracterización experimental del TaSe₂ consistió en medir la dependencia de la resistencia y la susceptibilidad magnética en función de la temperatura. Como muestra la figura 3.5, la resistencia en función de la temperatura muestra la transición al estado de orden de ODC alrededor de 122 K, que coincide con la temperatura esperada para la fase cristalina 2H. La susceptibilidad magnética en función de la temperatura muestra la transición al estado superconductor a 150 mK. La relación residual de resistividad es de 26, que coincide con muestras de la misma calidad que las usadas para medir oscilaciones cuánticas y superficies de Fermi[49, 58, 76, 77].

Los resultados experimentales obtenidos con la técnica de microscopía túnel se dividen en dos partes: primero se mostraran los resultados sobre zonas en la superficie de la muestra en el que todas sus capas están en la fase cristalina 2H, exhibiendo propiedades

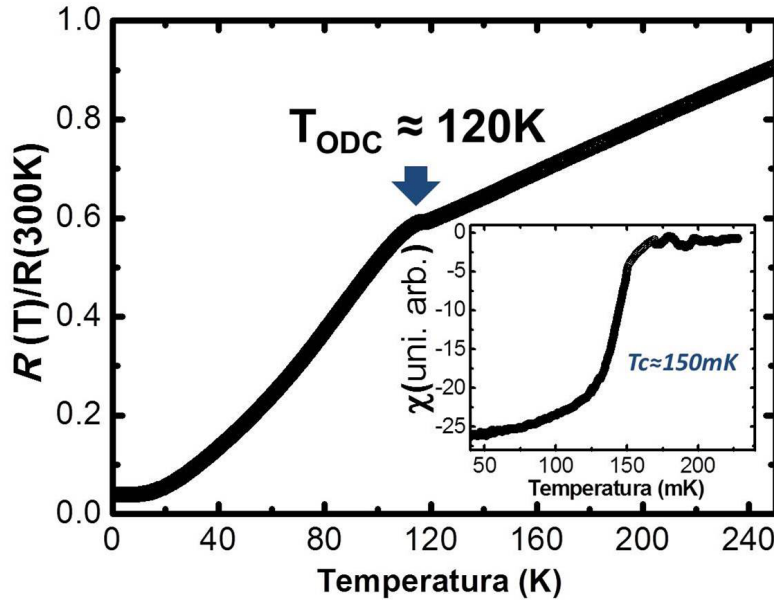


Figura 3.5: Resistencia vs temperatura normalizada por su valor a temperatura ambiente. En el inset: Susceptibilidad magnética vs temperatura en un rango de 200 mK.

superconductoras y de onda de densidad de carga propias de este compuesto. Luego se presentan los resultados sobre zonas donde aparecen politipos cristalinos, con capas en la superficie en fases cristalinas diferentes, que exhiben un comportamiento anómalo en su densidad de estados.

Espectroscopía túnel sobre multicapas de $2H-TaSe_2$

La figura 3.6 muestra el primer estudio mediante microscopía de efecto túnel realizado en $2H-TaSe_2$ en el estado superconductor, a una temperatura de 150 mK. Las curvas de conductancia túnel normalizada vs voltaje, tomadas en tres puntos diferentes de la superficie, muestran la forma del gap superconductor con picos de cuasi-partículas localizados cerca de $200 \mu V$. La línea continua negra sobre la curva experimental amarilla corresponde con un ajuste teórico BCS para un superconductor de onda s , con un gap superconductor de $\Delta=150 \mu eV$ y un parámetro de ensanchamiento de tiempo de vida media de $\Gamma=55 \mu eV$ [78].

Se tomaron imágenes topográficas y espectroscópicas con resolución atómica, de forma simultanea. Las imágenes de espectroscopía fueron construidas a partir de las curvas de conductancia túnel a voltaje cero medidas en cada punto de las imágenes de topografía asociadas. En la imagen topográfica de la figura 3.6 se distinguen los átomos de Se de la superficie de la muestra, junto con una modulación en el contraste de los átomos en la imagen, proveniente de la ODC. Como se mencionó en la sección 3.4.1, las imágenes

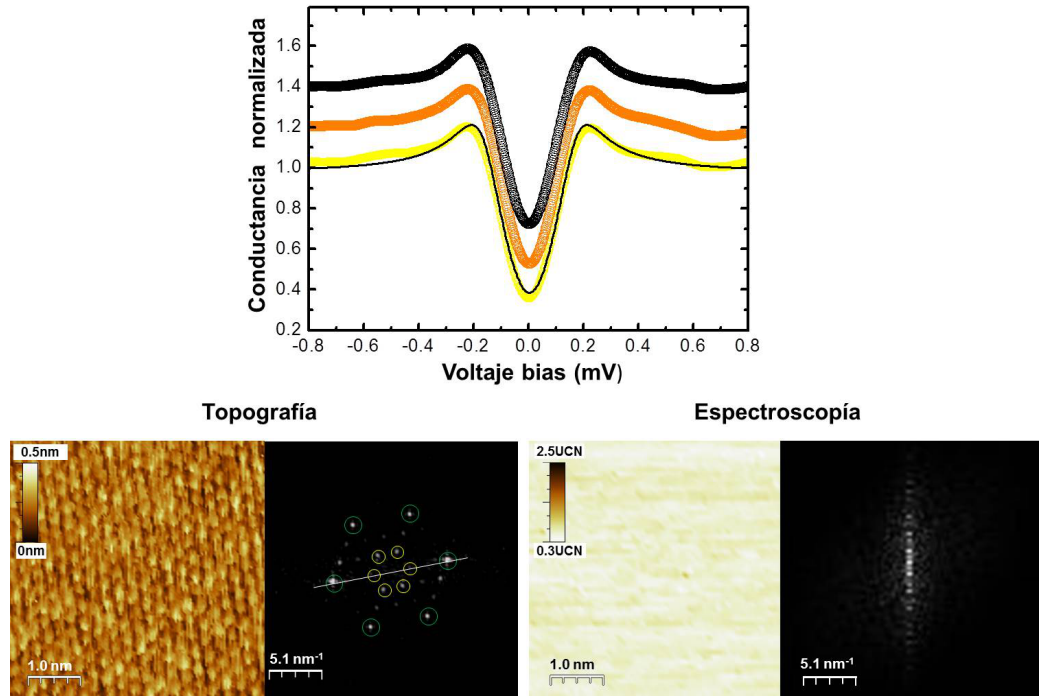


Figura 3.6: Curvas de corriente túnel vs voltaje tomadas a 150 mK en una zona con multicapas de 2H-TaSe₂ y gap superconductor homogéneo. La topografía muestra una imagen con resolución atómica que revela la estructura de la ODC correspondiente a la fase 2H junto a su transformada de Fourier. La escala de colores de la imagen de espectroscopia está dada en unidades de conductancia normalizada (UCN).

topográficas muestran cambios de la densidad de carga en la superficie, revelando así, la forma de la ODC. En este caso, los átomos más brillantes corresponden a los átomos con mayor densidad de carga. Gracias a la transformada de Fourier que se muestra al lado de la topografía, podemos ver que la modulación adicional de la red (picos de Bragg dentro de los círculos amarillos) proveniente de la ODC, tiene a una super-red de $3a_0 \times 3a_0$ (donde a_0 es el parámetro de red en el plano) alineada en la misma dirección de la modulación atómica (picos de Bragg dentro de los círculos verdes). Este tipo de estructura, de acuerdo a lo discutido en las anteriores secciones, corresponde a la onda de densidad de carga de la fase cristalina 2H. La imagen de espectroscopia túnel a voltaje cero es plana, sin ningún tipo de rasgo particular, lo que puede confirmarse en su transformada de Fourier. Esto significa que la densidad de estados al nivel de Fermi es constante respecto a la posición atómica.

Espectroscopía túnel en politipos cristalinos de TaSe₂

Una exploración rigurosa de la superficie de la muestra revela la existencia de diferentes politipos cristalinos en algunas capas del material. Como muestra la figura 3.7, podemos encontrar áreas en la superficie con capas de diferentes estructuras cristalinas, con la capa superior en la fase 2H y la capa siguiente en la fase 1T. La ODC, medida con imágenes topográficas, nos permite distinguir, sin ninguna ambigüedad, el tipo de estructura cristalina de la capa. En la capa superior encontramos una ODC con super-red de $3a_0 \times 3a_0$ correspondiente a la fase 2H, mientras que en la capa inmediatamente inferior encontramos una ODC con super-red de $\sqrt{13}a_0 \times \sqrt{13}a_0$ que corresponde a la fase 1T. Como se presentó al principio del capítulo, la diferencia estructural entre las dos fases cristalinas es la coordinación geométrica entre los átomos de Se, donde, en el caso de la fase 2H, es prismática, mientras que en la fase 1T es anti-prismática. Esta diferencia es suficiente para cambiar radicalmente el comportamiento electrónico del material, puesto que, a bajas temperaturas la fase 2H exhibe transición al estado superconductor, mientras que, la fase 1T se mantiene metálica.

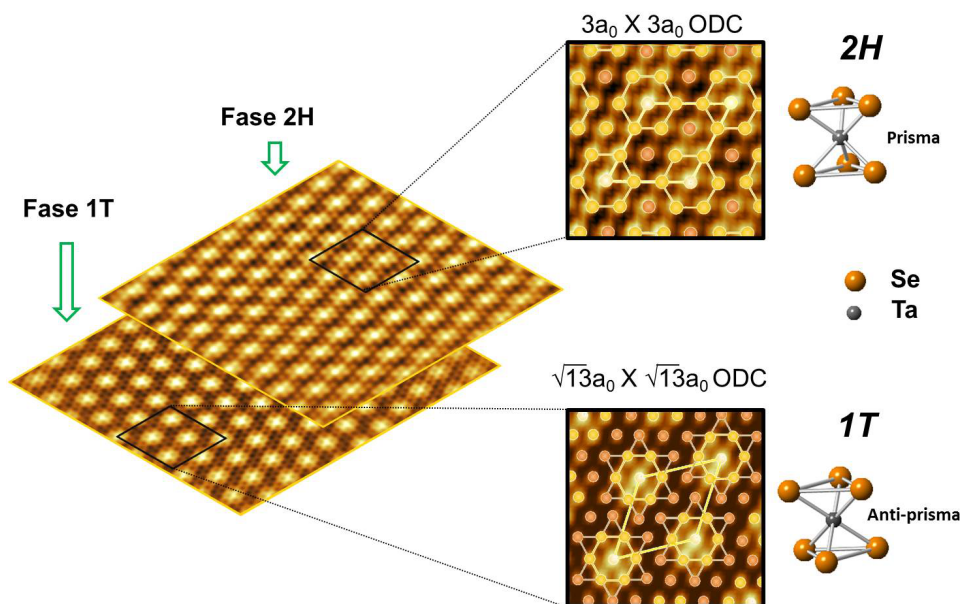


Figura 3.7: Representación esquemática de la configuración cristalina encontrada en algunas zonas de la superficie de las muestras de 2H-TaSe₂. La capa superior presenta la fase 2H con coordinación prismática entre átomos de Se y una super-red de ODC $3a_0 \times 3a_0$ alineada en la misma dirección de los ejes cristalinos. Mientras que, la capa inmediatamente inferior presenta la fase 1T con coordinación anti-prismática entre átomos de Se y una super-red de $\sqrt{13}a_0 \times \sqrt{13}a_0$ rotada 13° respecto a los ejes cristalinos.

La figura 3.8 muestra dos imágenes de topografía donde se presenta el fenómeno de policristalinidad en la superficie de la muestra. La capa superior, como revela la imagen

con resolución atómica, está en la fase cristalina 2H, mientras que la capa inmediatamente debajo está en la fase 1T. Los perfiles de altura muestran que el espesor de la capa 2H corresponde con el de una celda unidad, lo que significa tener una mono-capa de 2H-TaSe₂ sobre una superficie de 1T-TaSe₂. Estas mono-capas que podemos encontrar en algunas zonas son el resultado de la exfoliación mecánica con cinta adhesiva realizada a la muestra previamente al enfriamiento. Las capas 2H son “trozos” que quedan en la superficie de una capa más grande que ha sido arrancada por la cinta adhesiva. Estas capas sobre superficies de 1T-TaSe₂ pueden sufrir efectos de presión y desacoplamiento debido al proceso de separación cuando se realizó la exfoliación, pero como muestran las figuras, su estructura atómica permanece intacta.

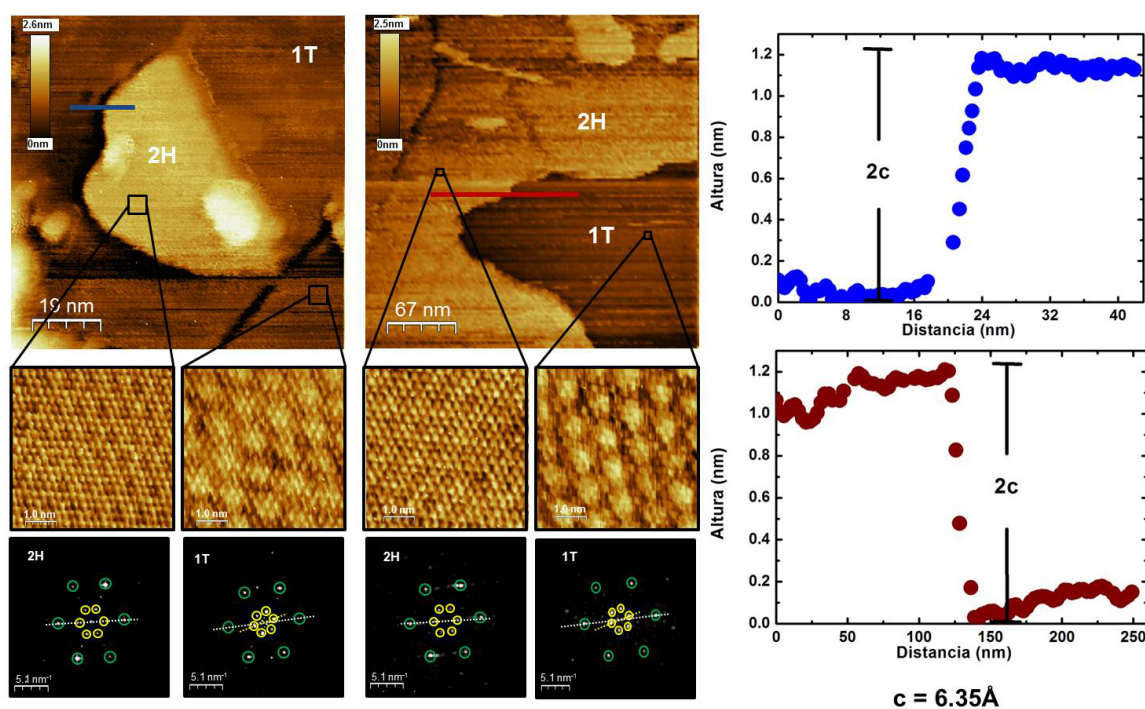


Figura 3.8: Imágenes topográficas de dos regiones diferentes de la muestra donde se encuentra la capa superior en la fase 2H y la inferior en la fase 1T. Las imágenes de resolución atómica en cada una de las capas, junto con sus transformadas de Fourier, revelan la estructura de la ODC para cada fase estructural. A la derecha se muestran los perfiles de altura de las capas 2H a través de las líneas azul y roja de las imágenes.

Se realizó un estudio espectroscópico sobre las mono-capas de 2H-TaSe₂ y las capas inferiores de 1T-TaSe₂, que actúan como sustrato de las mono-capas, a una temperatura de 150 mK. Para ello se tomaron curvas de conductancia túnel e imágenes simultáneas de topografía y espectroscopía con resolución atómica en las diferentes regiones de estas zonas. Las curvas de conductancia túnel (figura 3.9) siguen un peculiar comportamiento en las mono-capas 2H, el cual no se observa en las capas inferiores 1T. Cuando la punta se

encuentra sobre un átomo de Se en la mono-capa 2H se observa un pico en la conductancia túnel a voltaje cero, el cual, al desplazar la punta desde el átomo hacia una posición interatómica, se reduce paulatinamente, hasta convertirse en una curva con forma de V. La figura 3.9a muestra, por medio de un código de colores, los cambios que sufre la conductancia túnel en los diferentes puntos espaciales respecto a un átomo de Se, cuya topografía se muestra como imagen insertada. Cuando el mismo experimento se repite en la capa 1T, sobre la que está la 2H, no se encuentra ningún tipo de dependencia de la corriente túnel en función de la posición atómica. Como muestra la figura 3.9b, la conductancia sobre y entre átomos de Se en la capa 1T es constante respecto al voltaje.

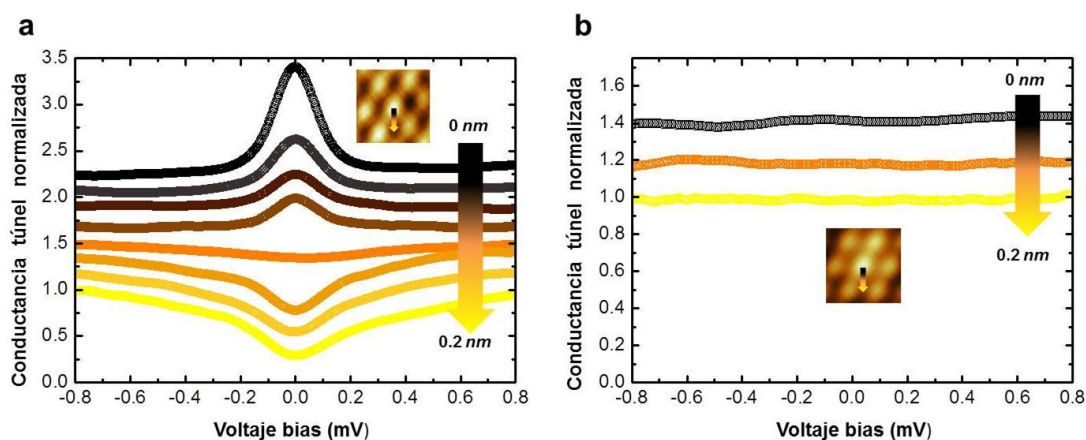


Figura 3.9: a) Curvas de conductancia túnel normalizadas vs voltaje bias en mono-capas de 2H-TaSe₂ y (b) en capas de 1T-TaSe₂, las cuales actúan como sustrato de las mono-capas. Las curvas han sido tomadas para diferentes posiciones de la punta, desde un átomo de Se (curvas negras) hasta una posición intermedia (curvas amarillas) entre átomos.

Esta peculiar dependencia atómica de la conductancia túnel puede ser vista de forma clara en las imágenes de espectroscopía, las cuales se construyen a partir de las curvas de corriente túnel a voltaje cero, tomadas en cada punto de la imagen topográfica. La figura 3.10 muestra las imágenes topográficas y espectroscópicas tomadas sobre la mono-capa 2H y sobre la capa 1T, junto con sus transformadas de Fourier. Las imágenes topográficas de resolución atómica muestran, casi a simple vista, el diferente tipo de periodicidad de la ODC entre las diferentes fases estructurales. Las transformadas de Fourier de las topografías muestran la modulación de ODC con una periodicidad de $3a_0 \times 3a_0$ en la misma dirección de los ejes cristalinos para el caso de la mono-capa 2H y en contraste, una ODC con periodicidad $\sqrt{13}a_0 \times \sqrt{13}a_0$ rotada respecto a los ejes cristalinos para la capa 1T.

La imagen de espectroscopía a voltaje cero de la capa 2H (figura 3.10a derecha) reproduce la imagen atómica (izquierda), donde los puntos negros corresponden a las posiciones de los átomos de Se. La escala de colores usadas en las curvas de la figura 3.9 y las espec-

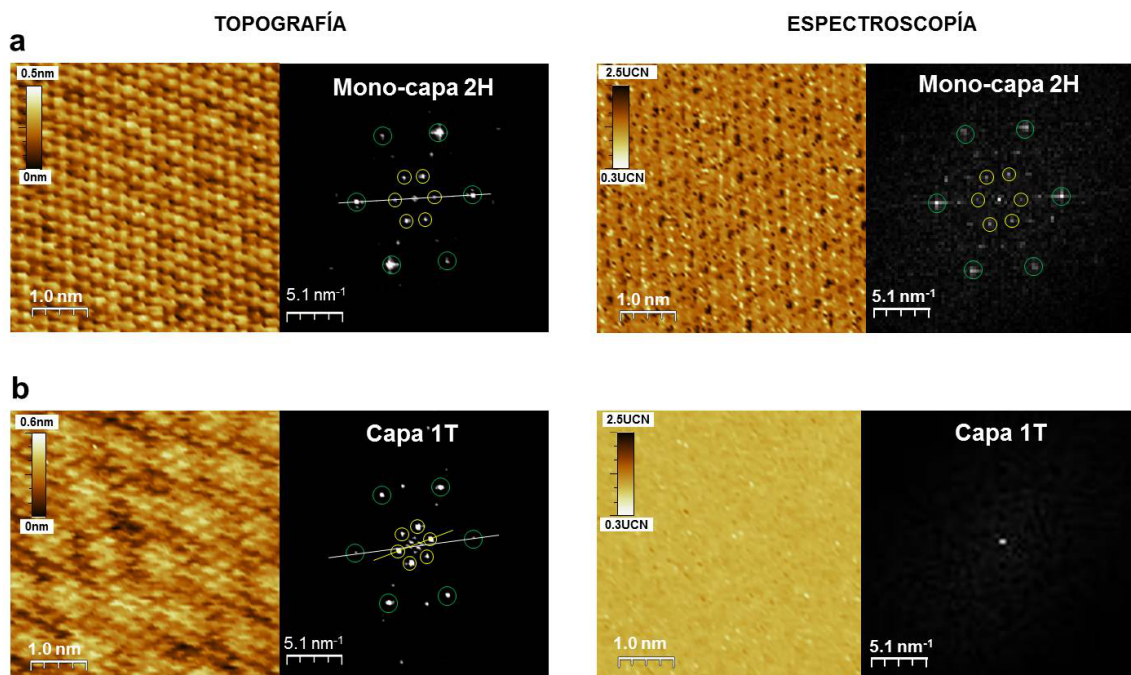


Figura 3.10: Microscopía de efecto túnel (izquierda) y mapa de de conductancia túnel a voltaje cero (derecha), tomadas a 150 mK, para (a) la mono-capa 2H-TaSe₂ y (b) la capa 1T-TaSe₂, con sus respectivas transformadas de Fourier. La imagen espectroscópica de la mono-capa 2H, con escala de colores en unidades de conductancia normalizada (UCN), reproduce la imagen topográfica, cuya trasformada de Fourier muestra los picos de Bragg provenientes tanto de la modulación atómica (círculos verdes) como de la ODC (círculos amarillos).

troscópicas de la figura 3.10 son las mismas. Es decir que, cada punto negro de la imagen de espectroscopía en la mono-capa 2H donde hay un átomo de Se, corresponde a un pico en la conductancia túnel. Esto significa que en todos los átomos de Se en la mono-capa 2H, aparece un pico en la conductancia túnel, que sigue el comportamiento señalado en la figura 3.9. El análisis de la transformada de Fourier de la imagen espectroscópica muestra que el mapa de conductancia no solo reproduce la modulación proveniente de la red atómica (círculos verdes), sino que también una segunda modulación más grande (círculos amarillos), con una super-red de $3a_0 \times 3a_0$, alineada en la misma dirección de la anterior. Lo que significa que sobre los picos en la conductancia túnel a voltaje cero aparece una modulación adicional con la misma estructura de la ODC observada en las imágenes topográficas. Cuando se hace este mismo estudio en la capa inferior con estructura 1T, que hace las veces de sustrato para la capa 2H, la espectroscopía (figura 3.10b derecha) es plana y su transformada de Fourier no muestra ningún rasgo especial. A diferencia de las mono-capas, la conductancia túnel y por consiguiente la densidad de estados en las capas metálicas con estructura 1T es constante respecto a la posición atómica.

La transformada de Fourier de la imagen de espectroscopía túnel sobre la mono-capa de

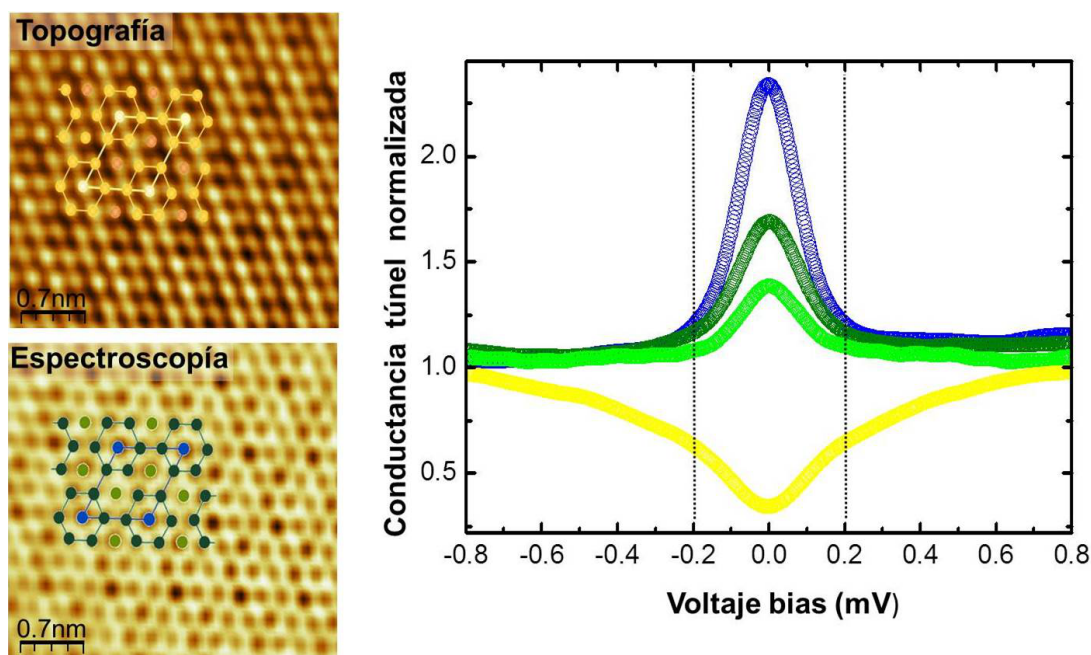


Figura 3.11: Topografía y mapa de conductancia túnel a voltaje cero de una mono-capa de estructura cristalina 2H. Las imágenes se filtraron sobre los picos de Bragg correspondientes a las modulaciones. Las curvas de conductancia de colores azul, oliva y verde se tomaron sobre átomos de Se según el código de colores mostrado en la imagen de espectroscopía. La curva de conductancia de color amarillo se toma entre átomos de Se y es independiente de la modulación.

2H-TaSe₂ revela la presencia de dos tipos de modulación; la originada por los picos en la conductancia túnel a voltaje cero en cada uno de los átomos de Se y una modulación más grande, sobre estos picos, con la misma estructura que la observada en la ODC. Para ver con mayor claridad la forma en que actúa esta segunda modulación se comparan, en la figura 3.11, dos imágenes filtradas de topografía y espectroscopía con resolución atómica. Los picos en la conductancia túnel a voltaje cero localizados en los átomos tienen tres alturas diferentes (curvas azul, oliva y verde en la figura 3.11) que se distribuyen en la red atómica siguiendo la estructura dibujada sobre la imagen espectroscópica. Esta estructura corresponde exactamente con la forma de la ODC descrita en la sección 3.4.1 y mostrada en la topografía de la figura 3.11. Los átomos representados con color azul, con el pico en conductancia más alto, coincide con los átomos con mayor densidad de carga (mayor contraste en la imagen) en la topografía. Los átomos oliva y verde que presentan picos medianos y pequeños respectivamente, coinciden con los átomos con densidad de carga mediana y pequeña en la topografía. Mientras que la curva amarilla en forma de V localizada entre átomos permanece constante.

La figura 3.12 muestra las amplitudes de Fourier de los picos de Bragg de la red cristalina y la ODC encontrados en la transformada de Fourier del mapa de conductancia para

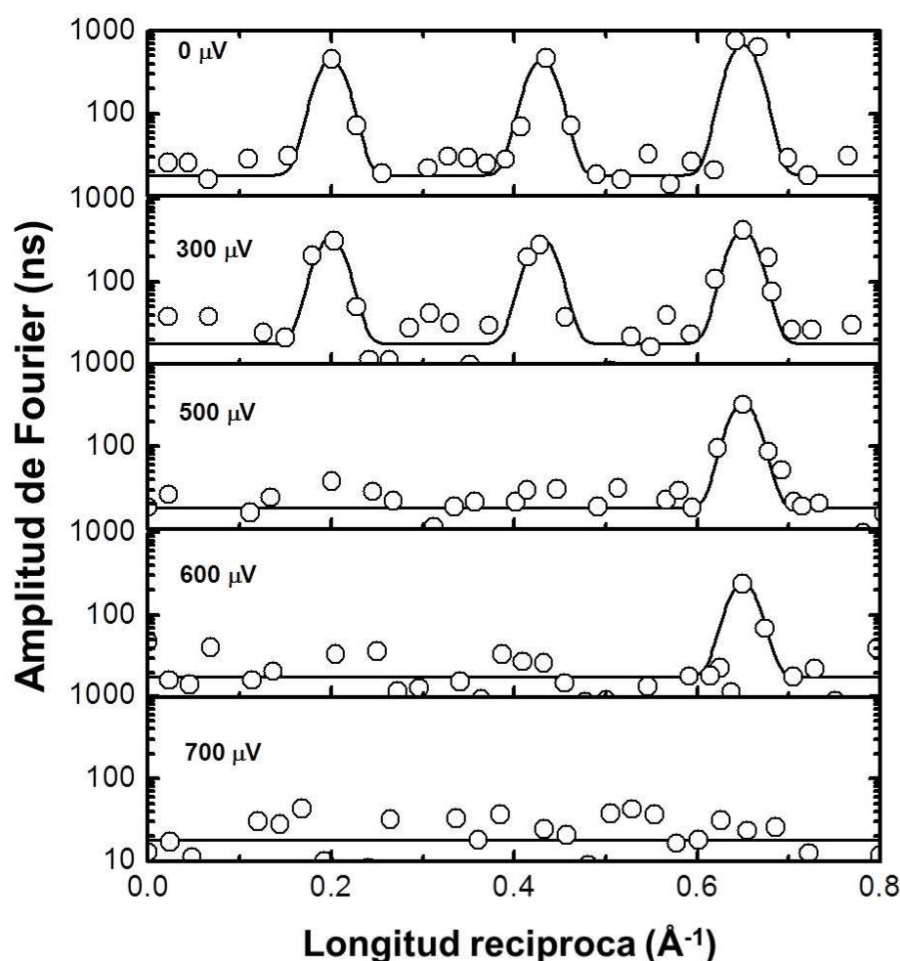


Figura 3.12: Amplitud de Fourier en escala logarítmica de los tres primeros picos de Bragg en el mapa de conductancia túnel de las mono-capas de 2H-TaSe₂ sobre capas de 1T-TaSe₂, para diferentes voltajes. Los dos primeros máximos en las amplitudes provienen de la modulación de ODC, mientras que, el tercer máximo es debido a la modulación de la red atómica. El pico Bragg central fue removido.

diferentes voltajes. Esta figura muestra la dependencia con respecto al voltaje de los dos tipos de modulaciones presentes en la espectroscopía túnel. Los dos primeros máximos en las amplitudes corresponden a la modulación de la ODC sobre el pico en conductancia, mientras que el tercer máximo proviene de la red atómica. Las amplitudes de Fourier de la ODC se mantienen hasta un voltaje de 150 μV , donde empiezan a reducirse. Por encima de los 300 μV , todas las posiciones atómicas presentan una conductancia similar. El único contraste entre átomos a voltajes mayores de 300 μV , viene de la diferencia de conductancia cuando la punta está sobre los átomos y cuando está en posiciones inter-atómicas. Esta diferencia hace que los picos de Bragg de la modulación atómica se mantengan hasta un voltaje de 700 μV , donde todas las amplitudes de Fourier desaparecen y el mapa de conductancia se vuelve uniforme. De forma tal que, como muestra las curvas túnel de la

figura 3.11, el pico en la conductancia a voltaje cero tiene un escala de energía de entre 150-200 μV y está modulado por la ODC, mientras que la curva en forma de V entre átomos de Se es más ancha y sobrevive a voltajes mucho mayores.

Dependencia con la temperatura y el campo magnético

Hasta ahora, todas las medidas experimentales mostradas en este capítulo se realizaron a una temperatura constante de 150 mK sin campo magnético aplicado. A continuación se presentará la dependencia de la conductancia túnel en función de temperatura y campo magnético aplicado, tanto en las multi-capas superconductoras como en las mono-capas de 2H-TaSe₂. La figura 5.12 muestra la dependencia en temperatura de la conductancia túnel sobre un átomo de Se en las mono-capas de 2H-TaSe₂ y del gap superconductor de las multi-capas de 2H-TaSe₂. En el caso de las mono-capas, al aumentar la temperatura (ver figura 5.12a), el pico en la conductancia sufre una reducción en su altura y un ensanchamiento, hasta que desaparece a una temperatura alrededor de 1 K. En el caso de las multi-capas, al aumentar la temperatura (ver figura 5.12b) el gap superconductor se reduce hasta una temperatura crítica de 1 K, la misma temperatura donde el pico en las mono-capas desaparece. La ecuación del gap de acoplamiento débil BSC, $\Delta=1.76k_B T_C$, da para $T_C=1$ K un gap de $\Delta=150 \mu\text{eV}$, que coincide con el ancho del pico en la conductancia de las mono-capas y el tamaño del gap superconductor en las multi-capas a bajas temperaturas.

El gap superconductor en las multi-capas y el pico en conductancia de las mono-capas coinciden, no solo en la temperatura crítica, sino también en su comportamiento respecto a esta. La figura 5.12c, muestra la dependencia en temperatura del tamaño del gap superconductor (círculos negros) en las multi-capas y el inverso del ancho (diamantes azules) del pico en las mono-capas. El tamaño del gap superconductor $\Delta(T)$ en las multi-capas se obtuvo ajustando las curvas a teoría BCS para un superconductor tipo S y parámetro de ensanchamiento de tiempo de vida medio de 55 μeV . El ancho de los picos $\sigma(T)$ en las mono-capas se obtuvo del ajuste de las curvas a funciones gaussianas. El ancho de la función gaussiana, que ajusta la curva de conductancia, aumenta al incrementar la temperatura. Como se observa, el gap superconductor y el inverso del ensanchamiento del pico siguen el mismo comportamiento respecto a la temperatura.

Por otro lado, al aplicar campos magnéticos de 10 mT perpendiculares a las muestras, tanto el pico en las mono-capas como el gap en las multi-capas desaparece, haciendo las curvas de conductancia túnel planas y constantes. Este campo magnético está dentro del límite de campo magnético más bajo que podemos aplicar con nuestra bobina superconductora y el sistema de alimentación de estas. Por esta razón no fue posible hacer un seguimiento de la dependencia de la conductancia con el campo aplicado perpendicular a la superficie. Al aplicar el campo magnético paralelo a la superficie de la muestra, el pico

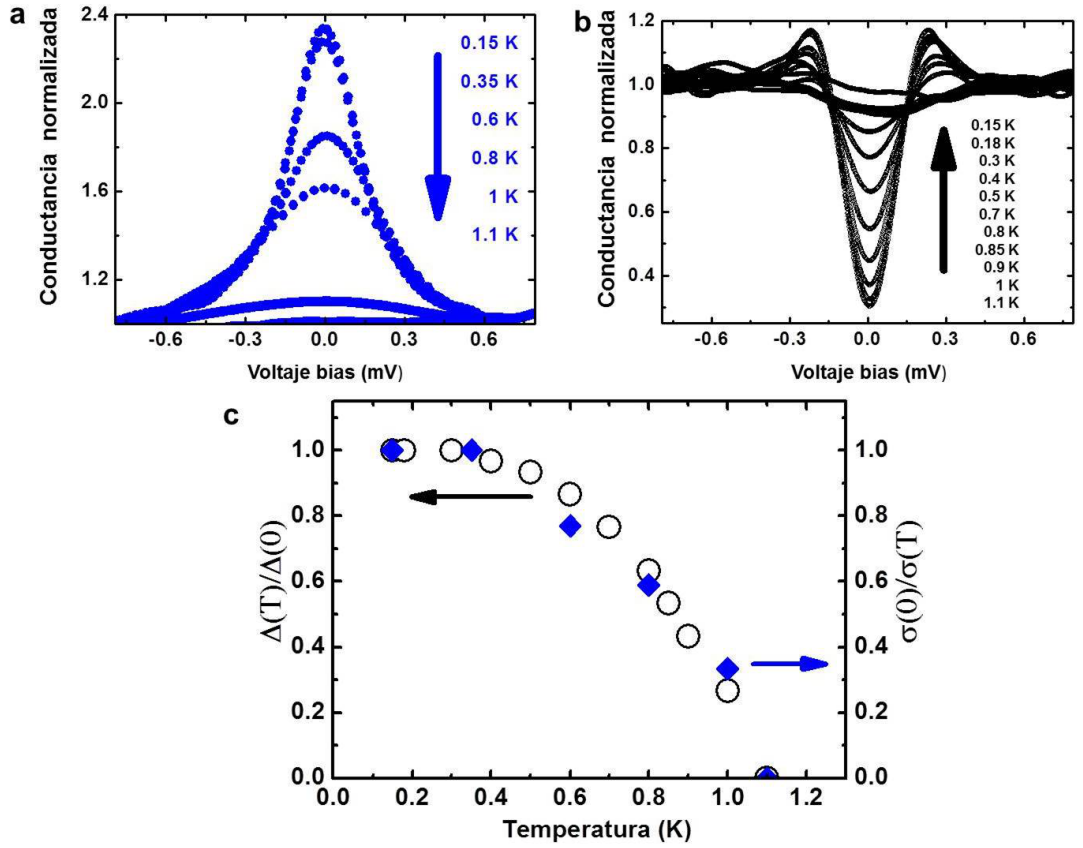


Figura 3.13: a) Dependencia en función de la temperatura del pico en la conductancia túnel a voltaje cero encontrado en las mono-capas 2H-TaSe₂. b) Dependencia en función de la temperatura del gap superconductor encontrado en las zonas con multi-capas de 2H-TaSe₂. C) Dependencia en función de la temperatura del tamaño del gap superconductor en multicapas (círculos negros) e inverso del ancho del pico en conductancia en mono-capas (diamantes azules), normalizados por sus valores a T=0.15 K.

en la conductancia túnel de las mono-capas sobrevive a campos más altos. La figura 5.13 muestra la dependencia de la conductancia túnel en las diferentes posiciones respecto a un átomo de Se en una mono-capa, para campos de 0 T, 0.1 T y 0.3 T, aplicados paralelos a la superficie. Como se observa, el pico en la conductancia túnel sufre una reducción en su altura y un considerable ensanchamiento en el eje del voltaje, que al abandonar el centro del átomo, sufre una división en dos picos a voltajes diferentes de cero. Al alejarse del átomo, los picos se mueven a voltajes mayores, hasta que, en medio de los átomos la curva se vuelve ancha, sin la forma de V vista a campo cero. Este comportamiento se pudo medir para dos campos diferentes, donde a mayor campo la reducción del pico y su ensanchamiento se hacen mayores.

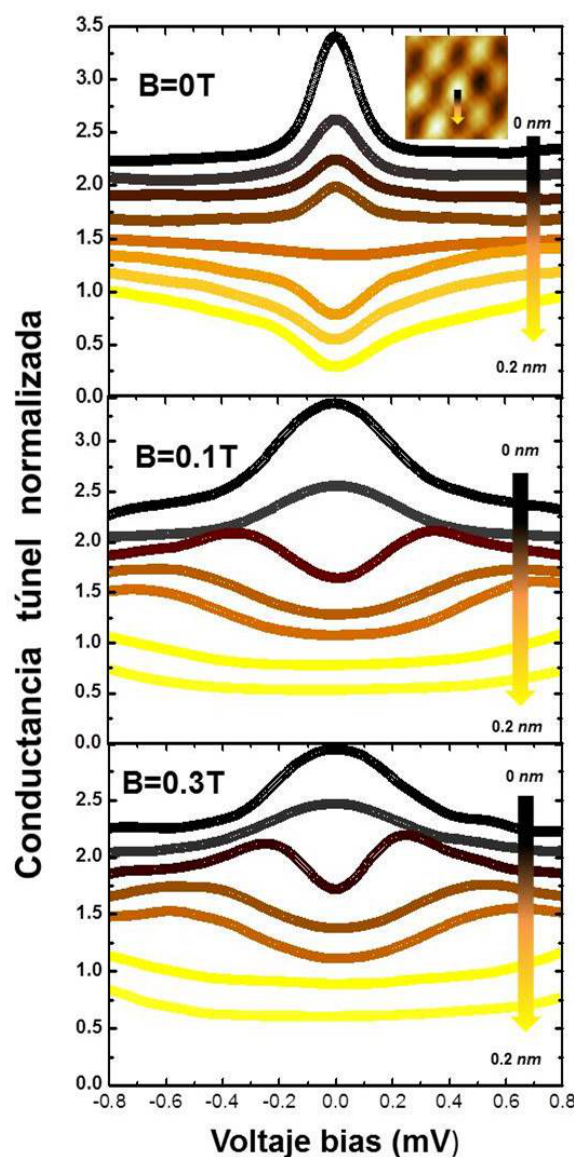


Figura 3.14: Conductancia túnel vs voltaje bias en diferentes posiciones respecto a un átomo de Se en mono-capas de 2H-TaSe₂, para diferentes campos magnéticos aplicados paralelos a los planos de la muestra.

3.5.2. Discusión de los resultados en 2H-TaSe₂

Las muestras de 2H-TaSe₂ muestran, en mediciones volumétricas (figura 3.5), las características esperadas para este cristal en la fase 2H pura. Sin embargo, como muestran nuestras imágenes de topografía y espectroscopía (figuras 3.8 y 3.10), podemos encontrar capas en la superficie del material en la fase estructural 1T. Por esta razón las propiedades físicas de las muestras pueden cambiar significativamente de las observadas en el volumen. Los mapas de conductancia túnel en estas capas en la fase 1T son planos, sin ninguna característica especial. Este resultado nos dice que esta estructura no presenta

ningún comportamiento particular en su densidad de estados a niveles bajos de energía. Por otro lado, en las áreas sin capas 1T, con todos los bloques estructurales en la fase 2H se observa claramente el gap superconductor, con una temperatura crítica mucho más alta que la medida en el volumen. La temperatura crítica de este compuesto es fácilmente manipulable a través de presión o tensión[67, 82, 83, 84]. Este aumento en la temperatura crítica puede deberse a tensiones en las últimas capas de la superficie o cambios en el acoplamiento electrón-fonón inducidos en la superficie. Este tipo de modificaciones sobre la temperatura crítica son más difíciles de encontrar en otros dicalcogenuros, como NbSe₂ o NbS₂, donde su temperatura crítica en el volumen es mayor y cercana a la máxima temperatura crítica que se puede alcanzar en estos compuestos aplicando presión. En la curva de resistencia no se encuentra ningún rasgo importante a 1 K, lo que significa que el gap superconductor de la figura 3.6 con una temperatura crítica de 1 K, representa una porción muy pequeña del volumen de la muestra. Las características de este gap, con una alta densidad de estados a la energía de Fermi (voltaje cero), con picos de cuasi-partículas redondeados y un parámetro de ensanchamiento de tiempo de vida media alto, muestran que la superconductividad en la superficie no es la de un superconductor limpio BCS de onda S.

Hasta el momento no existen datos lo suficientemente claros del valor de la longitud de coherencia del 2H-TaSe₂ en el estado superconductor. Como se menciona en la sección 3.4.3, valores de $\xi_{\perp}=0.16 \mu\text{m}$ y $\xi_{\parallel}=0.49 \mu\text{m}$ fueron obtenidos extrapolando a temperatura cero los valores de campo crítico perpendicular y paralelo al plano[70]. Usando el valor de gap superconductor encontrado en las multi-capas 2H y una velocidad de Fermi de $v_F=4.8\text{m/s}$ [86], se obtiene para la longitud de coherencia en el plano $\xi_{\parallel}=\hbar v_F/2\Delta\approx 500 \text{ nm}$, del mismo orden de la longitud de coherencia estimada con medidas de campo crítico.

Como se demostró en el capítulo anterior, la medición de la conductancia túnel es una medida directa de la densidad de estados del material. El pico en la conductancia túnel encontrado en las mono-capas de 2H-TaSe₂ sobre 1T-TaSe₂, que es el principal resultado de este capítulo, indica la presencia de estados localizados en la densidad de estados a la energía de Fermi. El rango de energías donde aparece el pico en la conductancia túnel en las mono-capas está dentro del valor del gap superconductor encontrado en las multi-capas. Como se mostró en la figura 5.12, el inverso del ancho σ del pico en las mono-capas y el gap superconductor Δ de las multi-capas sigue el mismo comportamiento respecto a la temperatura, es decir $\frac{\Delta(T)}{\Delta(0)} \propto \frac{\sigma(0)}{\sigma(T)}$. Lo cual muestra que la destrucción de la correlación superconductora por incremento de la temperatura, que causa la disminución gradual del gap superconductor, ocasiona también el ensanchamiento del pico alrededor de la energía de Fermi, es decir que el aumento de la temperatura, que reduce el gap superconductor en las multi-capas hace que los estados localizados en las mono-capas se distribuyan en un rango de energías más alto. Esto indica que el origen de la localización de estados a

la energía de Fermi en las mono-capas, está relacionado con la superconductividad del 2H-TaSe₂.

Para discutir la dependencia espacial atómica del pico en conductancia túnel, debemos recordar las características de la superficie de Fermi de este compuesto, discutidas en la sección 3.4. A temperaturas por debajo de la transición al estado de ODC aparece un vector de nesting $\vec{q}=2/3 \Gamma\vec{M}$. La forma de la ODC medida en las mono-capas es igual a la encontrada en multi-capas, lo que significaría que, al menos en la parte involucrada en el orden de carga, la superficie de Fermi no se altera en las mono-capas, manteniendo el mismo vector de nesting en la SF. La variación del pico con la ODC muestra que el vector \vec{q} influye sobre la formación de los estados localizados, lo que implica que el pico en conductancia está relacionado con las bandas donde se forma la ODC. El posible origen del pico en la conductancia túnel a voltaje cero se discutirá al final de este capítulo.

3.5.3. Densidad de estados en 2H-TaS₂

En esta sección se mostrarán los estudios de espectroscopía túnel realizados en muestras superconductoras de TaS₂ en la fase estructural 2H. La primera caracterización experimental consistió en medir la dependencia de la resistencia en función de la temperatura, en la cual, como muestra la figura 3.15, aparece la transición al estado de orden de ODC alrededor de 78 K. La imagen insertada es una ampliación de la derivada de la curva respecto a la temperatura en el rango de temperaturas donde aparece la transición al estado superconductor, en la cual se observa una temperatura crítica alrededor de 2.3 K.

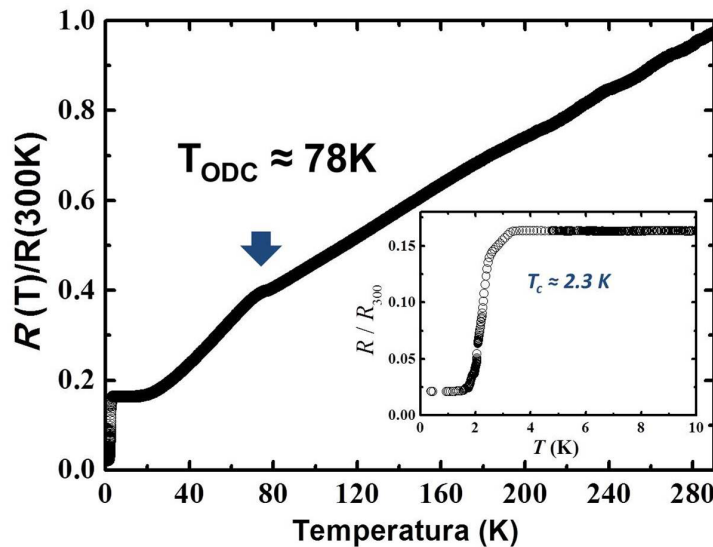


Figura 3.15: Resistencia vs temperatura normalizada a su valor a temperatura ambiente. En la imagen insertada se muestra la ampliación de la curva dentro del rango de la transición superconductora.

Espectroscopía túnel sobre multicapas de 2H-TaS₂

Como se menciona en la sección anterior, gracias al carácter bidimensional de la estructura cristalina de los dicalcogenuros, las muestras pueden ser exfoliadas en condiciones ambiente de forma mecánica usando celo adhesivo. El celo adhesivo remueve las últimas capas atómicas superficiales, dejando zonas grandes y atómicamente planas, cuya última capa esta formada por el elemento calcógeno. En algunas zonas de la muestra la última capa atómica removida por el celo puede partirse, de tal forma que parte de ella se extraiga y el resto se quede levantada y desacoplada del resto de la muestra.

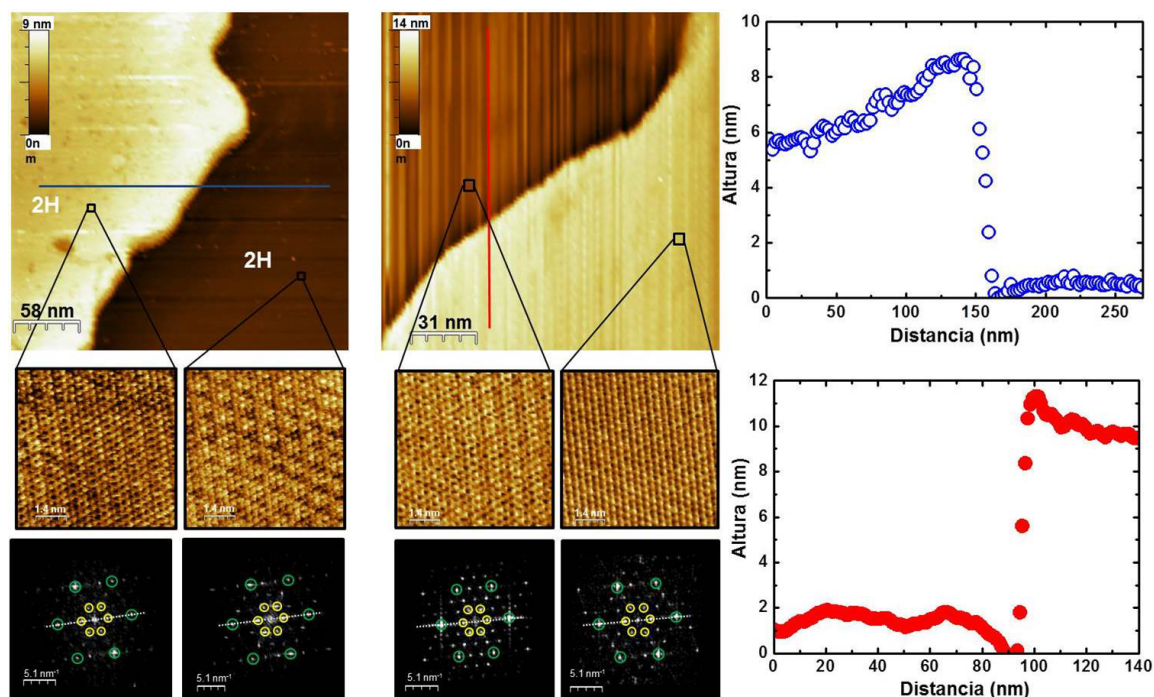


Figura 3.16: Imágenes topográficas de la superficie de 2H-TaS₂ con escalón entre dos capas en la misma fase estructural. Las imágenes de resolución atómica y sus transformadas de Fourier muestran que ambas capas están en la misma fase cristalina. A la derecha se muestran los perfiles de alturas a través de la línea azul y roja de las imágenes topográficas. La capa superior está levantada del resto de la muestra debido al proceso de exfoliación hecho en la superficie.

La figura 3.16 muestra dos zonas diferentes en la superficie de la muestra de 2H-TaS₂ donde la situación anteriormente descrita aparece, con la capa superior levantada respecto de la capa inferior. Los paneles inferiores de la figura muestran imágenes de topografía de resolución atómica en la capa inferior y superior respectivamente, donde se distinguen los átomos de S, y el orden de carga sobre ellos. Como indican las transformadas de Fourier de las imágenes de la red atómica, ambas capas tienen una ODC con una periodicidad de $3a_0 \times 3a_0$ en la misma dirección de los ejes cristalinos, que corresponde a la fase cristalina

2H. Es decir, a diferencia del TaSe_2 donde se encontraron diferentes politipos en la superficie, en 2H- TaS_2 todas las capas están en la misma fase estructural 2H. El desacoplamiento debido a la exfoliación permite tener una capa que conserva las características de la ODC de la fase 2H. El objetivo de esta sección es hacer un estudio de espectroscopía túnel en estas regiones con capas con bordes desacoplados del resto del material.

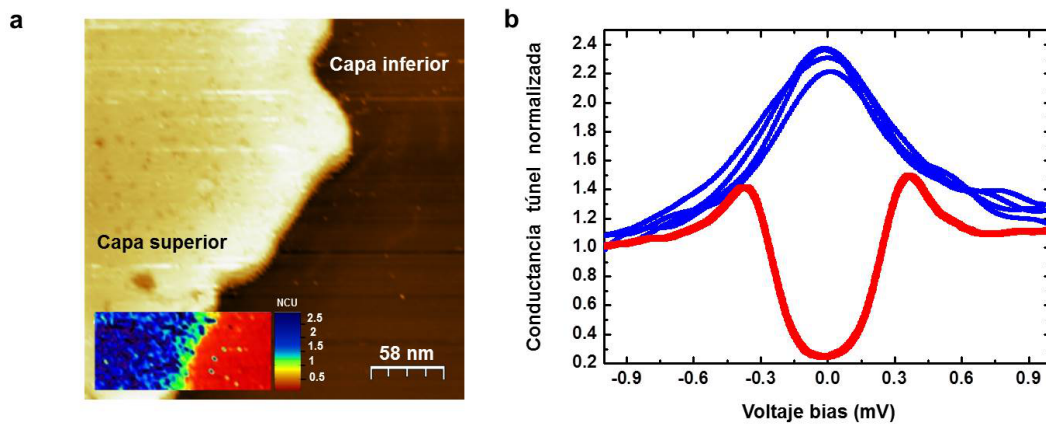


Figura 3.17: (a) Microscopía de efecto túnel en TaS_2 con la capa superior desacoplada del volumen de la muestra. (b) Mapa de conductancia túnel a voltaje cero en la misma zona y tomada de forma simultánea a la topografía. (c) Curvas de conductancia túnel en función del voltaje para las diferentes posiciones de la punta resaltadas como círculos en (a) desde la capa inferior a la superior. El código de colores de los puntos en (a) la imagen (b) y las curvas en (c) es el mismo.

La figura 3.17 muestra la topografía y espectroscopía a voltaje cero tomadas de forma simultánea a 150 mK en una región con la capa superior levantada. Como se observa, el mapa de conductancia túnel insertado sobre la imagen de topografía, muestra un fuerte contraste entre la capa superior y la inferior. Las curvas de conductancia túnel tomadas en la capa inferior, que está acoplada al resto del material, muestra el gap superconductor del 2H- TaS_2 (curva roja de la figura 3.17b). El área roja en el mapa de conductancia representa la zona de la muestra con gap superconductor bien definido. Cuando la punta abandona la capa inferior y pasa a la capa superior, aparece un pico en la conductancia túnel a voltaje cero, con un ancho en energía del mismo orden del gap superconductor de la capa acoplada (curvas azules de la figura 3.17b). Este pico en la densidad de estados en E_F se extiende sobre toda la capa superior desacoplada. La topografía no nos permite determinar con exactitud el espesor de la capa superior levantada por el proceso de exfoliación ya que se desconoce lo que se encuentra entre la capa superior e inferior, pero podemos sugerir que quizá se trata de una mono-capa de 2H- TaS_2 .

La dependencia en función de la temperatura del gap superconductor en la capa inferior

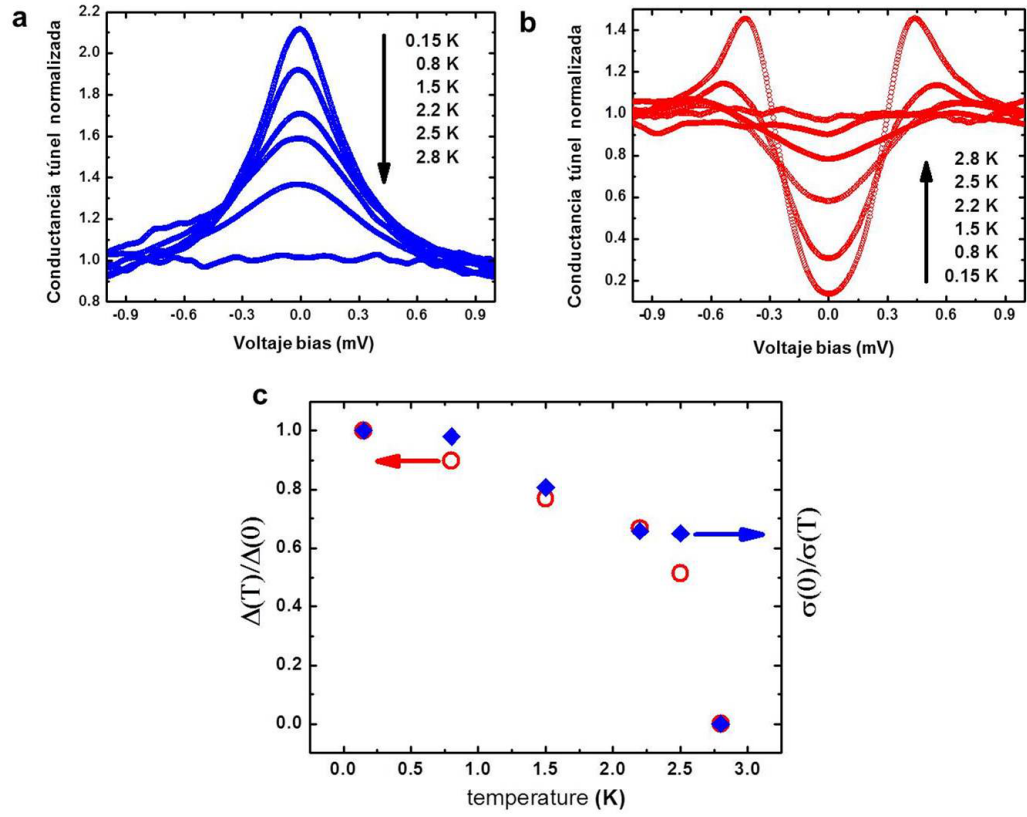


Figura 3.18: (a) Dependencia en función de la temperatura del pico en la conductancia túnel a voltaje cero en la capa superior. (b) Dependencia en función de la temperatura del gap superconductor en la capa inferior. (c) Tamaño del gap superconductor (círculos rojos) y el inverso del ancho del pico (diamantes azules) en función de la temperatura normalizados a sus valores a baja temperatura.

y del pico a voltaje cero en la capa superior, se muestran en la figura 3.18. Tanto el pico como el gap superconductor desaparecen a una temperatura de 2.8 K. El panel inferior de la figura muestra la dependencia con la temperatura del valor del gap superconductor (círculos rojos) en la capa inferior y del inverso del ancho (diamantes azules) del pico en la capa superior. El tamaño del gap $\Delta(T)$ en la capa inferior se obtuvo del ajuste BCS para un superconductor de onda S y el ancho del pico $\sigma(T)$ en la capa superior, al igual que en el caso del TaSe₂, del ajuste de las curvas a funciones gaussianas. El aumento de la temperatura produce una reducción del gap superconductor y un ensanchamiento del pico que siguen el mismo comportamiento.

Uno de los interrogantes que surge respecto al establecimiento del pico en la densidad de estados sobre las capas del TaS₂, es como éste depende del acoplamiento entre capas superior e inferior. Para aclarar este punto, en la figura 3.19 se muestra una zona de la muestra donde el proceso de exfoliación en la superficie dejó un hueco en la última

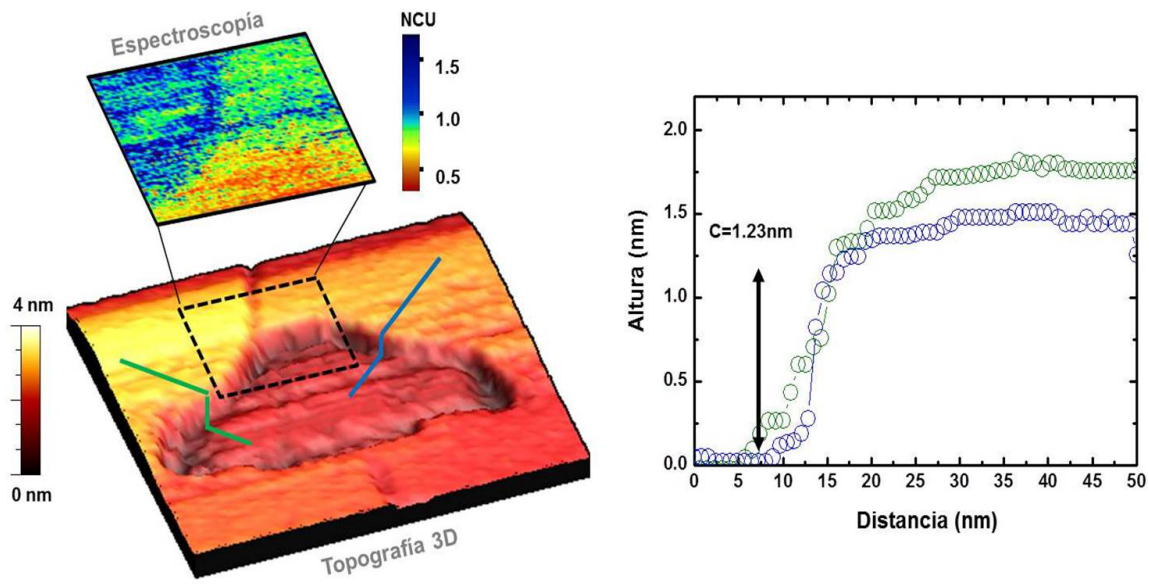


Figura 3.19: (a) Topografía y espectroscopía de una zona en la que la exfoliación arranco un trozo de la ultima capa. (b) Perfiles de altura a lo largo de la línea verde y azul, donde se muestra que la profundidad del escalón corresponde a la celda unidad y que la mono-capa al partirse quedó con diferentes alturas, por consiguiente diferentes niveles de desacoplamiento con el resto del material.

capa, con una profundidad igual al a la celda unidad, dejándola desacoplada del resto del material. Este desacoplamiento no se produjo de forma uniforme, como se puede distinguir en la topografía, la última capa se partió, dejando una zona ligeramente más levantada que otra (perfiles de altura a través de las líneas verde y azul), implicando que una parte de la mono-capa está más desacoplada que la otra. Al hacer un mapa de espectroscopía túnel en el área del rectángulo negro en la topografía, se encuentra una clara diferencia en la densidad de estados entre las diferentes zonas. La imagen de espectroscopía túnel tiene la escala de colores en función del valor de la conductancia túnel a voltaje cero, al igual que en la espectroscopía de la figura 3.17. Dentro del hueco, encontramos el gap superconductor del 2H-TaS₂ y sobre la capa más levantada (más desacoplada) un pico en la conductancia túnel a voltaje cero, más alto que el encontrado en la capa menos levantada (más acoplada), donde las curvas incluso son casi planas. Este resultado muestra que el establecimiento del pico en la densidad de estados depende del nivel de desacoplamiento de la capa del resto del superconductor, con un pico mejor definido y más alto en capas más desacopladas.

3.5.4. Discusión de los resultados en 2H-TaS₂

La medición de resistividad en función de la temperatura mostrada en la figura 3.15 muestra la transición al estado ODC del TaS₂ a la temperatura esperada en la fase cris-

talina 2H, mientras que, la temperatura de transición superconductora a 2.3 K está por encima de lo esperado. Esta transición al estado superconductor es ancha, empezando en 3.2 K, alcanzando un valor de resistencia cero hasta 2.3 K. La temperatura de transición al estado superconductor reportada originalmente para el 2H-TaS₂ fue de 1 K[87], pero posteriormente se encontró que en su estado más puro es de 0.8 K[42, 72] en cristales perfectos. La temperatura de transición en este compuesto puede ser elevada hasta los 3.5 K al intercalar piridina entre sus capas, la cual aumenta el espacio entre hojas de átomos de Ta[88], induciendo presión sobre las capas. Cualquier tipo de dopaje (Fe, Na o K) que se le introduzca al TaS₂ induce presión sobre sus capas, produciendo un significativo aumento de la temperatura de transición superconductora[89, 90]. Por otra parte, la introducción de defectos en la muestra por medio de irradiación electrostática, al igual que en el TaSe₂, produce un significativo aumento de T_C [71]. El aumento de T_c encontrado en nuestras medidas de transporte, podría estar relacionado con defectos de apilamiento entre capas, los cuales han sido observados en este compuesto y otros dicalcogenuros[91, 92].

El resultado más relevante de esta sección es la presencia del pico a conductancia cero en mono-capas de 2H-TaS₂. Éstas tienen sus bordes y gran parte de su área alrededor, desacoplados del resto del material, debido a que han sido mecánicamente separados en el proceso de exfoliación. El pico en la conductancia a voltaje cero se extiende sobre toda la capa que está desacoplada del resto de material, permaneciendo relativamente uniforme sin una dependencia clara respecto a la distancia del borde de la capa. Aunque encontramos que el pico desaparece a distancias superiores a 300 nm del borde de la capa, donde se recupera el gap superconductor, no fue posible seguir la evolución espacial de la conductancia túnel. El rango de energías de los picos en las capas, están dentro del valor del gap superconductor encontrado en las zonas acopladas. La evolución en función de la temperatura del pico y el gap superconductor muestran que ambos tienen la misma temperatura crítica, desapareciendo alrededor de 2.8 K. El ensanchamiento sufrido por el pico y la reducción del gap superconductor al aumentar la temperatura siguen el mismo comportamiento, mostrando que al igual que en el 2H-TaSe₂, el origen de la localización de estados a la energía de Fermi en las mono-capas, está relacionado con la superconductividad.

3.6. Discusión de los resultados experimentales

En nuestro estudio de espectroscopía túnel en dicalcogenuros de tantalio encontramos el establecimiento de un pico a voltaje cero en la conductancia túnel sobre mono-capas de 2H-TaSe₂ y 2H-TaS₂ que evidencian la presencia de estados localizados a la energía de Fermi. En ambos casos el aumento de la temperatura provoca un ensanchamiento del pico alrededor de la energía de Fermi, hasta desaparecer a la misma temperatura crítica

del gap superconductor. Picos en la conductancia túnel a campo cero han sido observados en superconductores de alta temperatura crítica[100]. El origen de estos estados localizados se atribuye a la formación de estados ligados en la superficie del material, llamado estados ligados de Andreev, predichos en 1994 por C. Hu y C. Yang[102, 103] para superconductores de onda $d_{x^2-y^2}$. Los estados base de Andreev se encuentran en la superficie de un superconductor que tenga un parámetro de orden (ó energía potencial de pares) con cambio de signo en diferentes direcciones del espacio recíproco. Para entender este concepto, recordemos el proceso que ocurre en una reflexión de Andreev convencional. Este fenómeno ocurre en la interfase entre un metal normal y un superconductor (interfase entre punta y muestra). La interfase se define como el espacio entre un dominio superconductor con el valor máximo del gap superconductor y el dominio normal con densidad de estados constante. La transición desde un valor al otro, ocurre en un rango espacial del orden de la longitud de coherencia ξ . En una reflexión simple de Andreev, un electrón con una energía menor a la del gap superconductor incide desde un electrodo normal hacia la superficie de un superconductor, a través de la interfase. Como el electrón incidente no encuentra estados disponibles en el superconductor, éste tiene que formar un par con otro electrón del metal normal con spin y momento opuesto, y así entrar al superconductor en forma de par de Cooper. Una vez el par está formado, por conservación de carga, momento y energía, un hueco se forma con momento igual pero dirección opuesta al electrón original. El hueco es reflejado a través del camino trazado por el electrón incidente, es decir, el hueco sufre una retro-reflexión. Una reflexión de Andreev representa un aumento en la corriente túnel, ya que una carga de $2e$ fluye a través de la interface, que resulta en un incremento en la conductancia dentro de la región del gap. Este proceso implica la creación de excitaciones electrón-hueco en la superficie del superconductor en el rango de la longitud de coherencia.

En el caso de los superconductores anisotrópicos, como los de onda d , un estado ligado regido por múltiples reflexiones de Andreev puede crearse en su superficie. Este proceso se explica en la figura 3.20 para un superconductor de onda d , donde la superficie es perpendicular a las direcciones antinodales del parámetro de orden. Si una cuasi-partícula (por ejemplo un electrón) incide sobre la superficie del superconductor siguiendo un camino donde el parámetro del orden es positivo, esta será reflejada especularmente, cambiando el signo del parámetro de orden a lo largo del camino de la cuasi-partícula reflejada. Si la energía de la cuasi-partícula es menor a la del gap superconductor, este cambio de signo induce una reflexión de Andreev, el cual envía la cuasi-partícula (en forma ahora de hueco) de vuelta a la superficie, donde será reflejada especularmente cambiando el signo del parámetro de orden. El proceso empieza de nuevo cuando esta cuasi-partícula es reflejada por reflexión de Andreev. Este proceso forma un ciclo cerrado de cuasi-partículas reflejadas especularmente y por reflexiones de Andreev, de forma que las cuasi-partículas

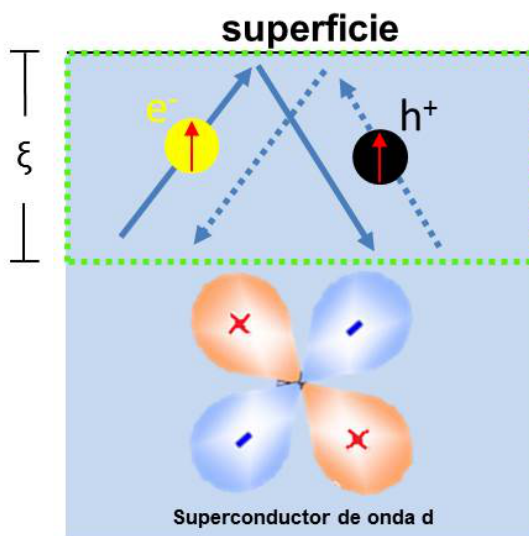


Figura 3.20: un electrón con $E < \Delta$ incide sobre la superficie de un superconductor de onda d. Se refleja especularmente experimentando un cambio en el signo del parámetro de orden, lo que produce una reflexión de Andreev, enviando un hueco de vuelta a la superficie. El hueco a su vez, se refleja especularmente con cambio de signo en el parámetro de orden, lo que genera una nueva reflexión de Andreev, enviando un electrón a la superficie. Este proceso se repite como un movimiento periódico de las cuasi-partículas en un rango igual a la longitud de coherencia ξ del superconductor.

quedan ligadas en este movimiento periódico, como se describe en la figura 3.20. Dado que la función de onda de las cuasi-partículas se extiende dentro del superconductor una distancia del orden de la longitud de coherencia ξ , éstas están ligadas a este estado sobre una distancia de este mismo orden. El resultado es la aparición de estados ligados a la energía de Fermi en la superficie del superconductor, los cuales generan la aparición de un pico en la conductancia túnel a voltaje cero en mediciones de espectroscopía túnel[99, 105, 106, 107, 108, 109].

En el caso de los dicalcogenuros de tantalio la simetría del gap es de onda s[110], en cuyo caso, las reflexiones de Andreev inducidas por el cambio de signo del parámetro de orden no sería posible. El pico en la conductancia a voltaje cero en TaSe_2 y TaS_2 aparece únicamente cuando las dimensiones del espesor de la muestra estudiada se reduce, hasta espesores tan pequeños como el de una sola capa. En ambos casos las capas estudiadas tienen un espesor mucho menor al de la longitud de coherencia superconductora de cada material. La aparición de estados ligados de Andreev en las mono-capas de los dicalcogenuros de tantalio evidenciaría la presencia de cambios de signo en el parámetro de orden, a lo largo de una dirección normal al plano a-b de las capas. La presencia de estos estados, que no se observa

en capas bien acopladas al sustrato, sugiere que las propiedades superconductoras de estos compuestos cambian de convencional (onda s) a superconductividad no convencional, cuando el espesor de la muestra se reduce a longitudes del orden de mono-capas, es decir que aparecen nodos en el parámetro de orden de las mono-capas.

3.6.1. Conclusiones

En nuestro estudio de las propiedades superconductoras de mono-capas y capas desacopladas de TaSe_2 y TaS_2 a baja temperatura hemos encontrado la aparición de un pico en la densidad de estados a la energía de Fermi. En ambos casos, los picos aparecen en un rango de energía dentro del valor del gap superconductor y desaparecen por encima de la temperatura crítica. Demostrando que la localización de estados a la energía de Fermi están relacionadas con las propiedades superconductoras de los dicalcogenuros de tantalio al reducir su dimensionalidad.

La fenomenología encontrada en las capas de dicalcogenuros de tantalio, coincide con la aparición de estados localizados de Andreev en la superficie de superconductores anisotrópicos. Esto demuestra que las propiedades superconductoras de estos compuestos, sufren una transición desde superconductividad convencional de onda s a superconductividad no convencional de onda anisotrópica, cuando su dimensionalidad se reduce hasta el caso bidimensional.

En el caso del TaSe_2 se encontró una clara modulación sobre el pico en conductancia por parte de la red atómica y la super-red de ODC. Esta modulación no fue encontrada, de forma concluyente, en TaS_2 . Esta diferencia podría estar relacionada con el hecho de que la ODC del TaSe_2 es mucho más fuerte que la del TaS_2 , influyendo de forma más determinante sobre el pico en la conductancia.

En resumen, mediante el estudio de la espectroscopia túnel a bajas temperaturas de la superficie de los dicalcogenuros de tantalio, hemos demostrado la aparición de estados localizados en la densidad de estados a la energía de Fermi, en capas de dimensionalidad reducida. Estos estados localizados, que exhiben una relación directa con la superconductividad, demostrarían la aparición de cambios de signo en el gap superconductor a bajas dimensiones, que implican una transición de superconductividad convencional en el caso tridimensional a no convencional en el caso bidimensional.

Red de vórtices superconductores en NbSe_2 en campos magnéticos inclinados

4.1. Introducción

Una de las ramas en torno al estudio de la superconductividad que más ha llamado la atención de la comunidad científica, tanto de forma teórica como experimental, es el estudio de la red de vórtices en superconductores tipo II[149, 150]. Experimentalmente, el microscopio de efecto túnel se ha convertido en una de las herramientas más útiles y versátiles en el estudio de la fenomenología de la red de vórtices, permitiendo su visualización directa en un rango espacial que va desde distancias atómicas hasta imágenes con cientos de vórtices[100, 101]. La microscopía túnel es la única técnica capaz de medir, a nivel atómico, las variaciones espaciales de la densidad de estados, por lo que permite estudiar la forma de la estructura de los estados electrónicos en el interior de vórtices individuales[96, 171].

La primera visualización de la red de vórtices de Abrikosov fue hecha en 1967, usando la técnica de decoración magnética de Bitter, por Essman y Träuble[151] en la superficie de plomo en estado superconductor. La técnica de decoración magnética consiste en depositar pequeñas partículas magnéticas en la superficie de un superconductor. Bajo un campo magnético, las partículas marcan la posición de las líneas de flujo magnético, revelando así la distribución espacial de los vórtices superconductores[97]. En este trabajo, uno de los principales aportes fue el encontrar que la red de vórtices interactúa fuertemente con los defectos cristalinos de la muestra. El microscopio de efecto túnel se usó por primera vez para visualizar la red de vórtices en 1989. En este trabajo, Hess y sus colaboradores

observaron la red de vórtices en NbSe₂ siguiendo la variación espacial de la conductancia túnel, con el campo aplicado perpendicular a la superficie[96]. Como se discutió en la introducción, el STM permite medir variaciones espaciales de la densidad de estados. En un vórtice, la densidad de estados varía fuertemente en un rango espacial del orden de la longitud de coherencia. Por tanto, mapas espaciales de la conductancia túnel a energías por debajo del gap superconductor permiten obtener el contraste necesario para visualizar la red de vórtices. Al incrementar el campo magnético, el número de vórtices aumenta, hasta que sus núcleos empiezan a solaparse a campos cercanos a H_{c2} . Por esta razón, el uso del STM es efectivo para visualizar la red de vórtices hasta campos magnéticos cercanos al campo crítico. El trabajo de Hess, no solo abrió las puertas del estudio de la red de vórtices con STM, sino que fue la primera investigación que reveló la estructura interna de los vórtices individuales.

Durante más de cuatro décadas, con el uso del STM y otras técnicas experimentales, tales como: microscopía Lorentz[153], microscopía SQUID de barrido[154], sonda Hall de barrido[155] y microscopía de fuerza magnética[156], se han estudiado las propiedades de la red de vórtices en diferentes superconductores. Estos estudios han revelado que los vórtices son una propiedad común de todos los superconductores tipo II y aparece en todo tipo de muestras, desde monocristales sin defectos hasta materiales amorfos. La gran mayoría de estudios realizados sobre la red de vórtices se limitan, dadas las dificultades experimentales, a campos magnéticos aplicados de forma perpendicular a la superficie de las muestras, sin explorar en detalle la estructura de la red para campos magnéticos inclinados. En superconductores isótropos, la geometría de la red de vórtices es independiente de la dirección del campo magnético. Por el contrario, en superconductores anisótropos la dirección del campo puede variar drásticamente las propiedades de la red de vórtices, donde se puede observar las propiedades de los vórtices en otras direcciones cristalográficas. Los pocos estudios realizados muestran multitud de efectos interesantes, que revisamos a continuación.

La figura 4.1[157] es un ejemplo de hasta que punto la forma en la que se aplica el campo magnético puede influir en las propiedades de la red de vórtices en superconductores anisótropos. En ésta se compara la red de vórtices en superconductores isótropos y anisótropos cuando el campo magnético \vec{B} está inclinado respecto al eje c del material. En el caso de los superconductores isótropos, la red de vórtices superconductora no se ve afectada por la dirección de \vec{B} . En este caso la red de Abrikosov se mantiene imperturbable (figura 4.1a y b), con los vórtices como tubos de flujo magnético en la misma dirección de \vec{B} . En superconductores anisótropos, las propiedades de la red se ven fuertemente afectadas por la dirección del campo magnético. Un caso límite se encuentra en superconductores de alta temperatura crítica (HTS), en los cuales la superconductividad está asociada a los planos de CuO dando, por tanto, lugar a una fuerte anisotropía en

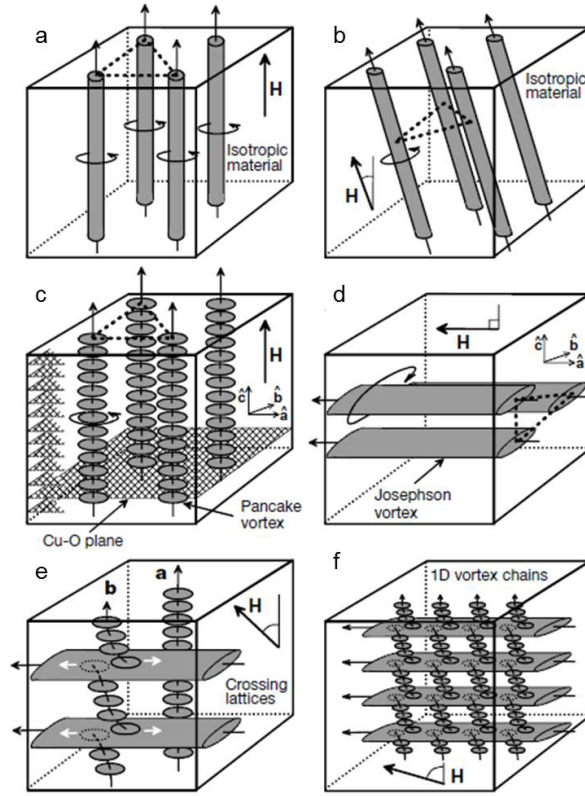


Figura 4.1: Comparación esquemática de la red de vórtices entre superconductores de capas y superconductores isótropos. En (a) y (b) se muestra la red de vórtices en materiales isótropos para diferentes ángulos de inclinación del campo, la forma de la red no se ve afectada. (c) Vórtices en HTS con el campo a lo largo del eje de alta simetría, los vórtices forman pilas 2D a lo largo de las capas. (d) Con el campo paralelo a las capas, la anisotropía cristalina permite la formación de vórtices elípticos entre planos. (e) Para campos aplicados con ciertos ángulos intermedios entre las capas y el eje c , los vórtices inclinados espontáneamente se descomponen en vórtices en los planos y vórtices elípticos entre planos. (f) Interacción entre los dos tipos de vórtices[157].

sus propiedades. En dichos materiales cuando el campo es perpendicular a los planos, los vórtices se desacoplan en la dirección perpendicular al plano formando los llamados vórtices pancakes[158]. Cuando el campo está aplicado en la dirección paralela a los planos, aparecen los llamados vórtices Josephson[159, 160] originados por las fuertes supercorrientes entre planos y el acoplamiento Josephson entre ellos. En una situación intermedia, con el campo aplicado a un ángulo con respecto a los planos, aparecen de forma simultánea vórtices pancakes y vórtices Josephson, que interactúan entre sí. Cuando un vórtice pancake se cruza con uno Josephson, aparece un desplazamiento sobre los vórtices pancake inducido por interacción atractiva con las supercorrientes del vórtice Josephson. Como se ve en la figura 4.1f, una fila de vórtices pancake puede quedar atrapada por un vórtice

Josephson, formando una cadena de vórtices unidimensionales[157]. En el caso del NbSe₂, que es el superconductor estudiado en este capítulo, su anisotropía es mucho más baja que en el caso de los HTS, de forma que no se espera la aparición de vórtices Josephson entre planos ni vórtices pancake en los planos. Sin embargo, su anisotropía debe ser importante en la determinación de las propiedades de la red de vórtices bajo rotaciones del campo magnético aplicado.

El objetivo de esta investigación es explorar la red de vórtices en NbSe₂ en función del ángulo del campo magnético aplicado. Este compuesto, que pertenece a la familia de los dicalcogenuros, exhibe una anisotropía superconductora de orden 3 ($\xi_{\parallel}/\xi_{\perp} \approx 3$)[22]. En la siguiente sección, antes de pasar a los resultados experimentales obtenidos con microscopía de efecto túnel, se expondrán las principales propiedades estructurales, electrónicas y superconductoras de este compuesto.

4.2. Estructura cristalina de NbSe₂

El NbSe₂ pertenece a la misma familia de compuestos estudiados en el capítulo 3, los dicalcogenuros del grupo V, con formula estructural MX₂, donde M es el metal de transición (en este caso Nb) y X el elemento calcógeno (Se). Su estructura cristalina, mostrada en la figura 5.6, tiene simetría hexagonal y consiste en capas con una hoja de átomos de Se en medio de dos hojas de átomos de Nb. Dentro de las capas, los átomos de Nb y Se están ligados por fuerzas covalentes, mientras que los bloques están ligados entre sí por fuerzas débiles de Van der Waals, formando capas hexagonales 2D.

Las capas de NbSe₂ son muy fáciles de exfoliar con simple celo adhesivo, la misma técnica usada para exfoliar la superficie de TaSe₂ y TaS₂ estudiados en el capítulo 3. Después de la exfoliación mecánica, es fácil encontrar una superficie grande, plana y brillante, ideal para el estudio con microscopía túnel.

4.3. Propiedades electrónicas del NbSe₂

El primer cálculo de la estructura electrónica del NbSe₂ fue realizado por Mattheiss en 1973[162], en el cual se predicen dos bandas cruzando el nivel de Fermi. Cálculos posteriores de estructura de bandas auto-consistentes[165] y de aproximación de densidad local (LDA, por sus siglas en inglés) [163] revelaron tres bandas diferentes cruzando la superficie de Fermi, dando origen a las tres capas de la superficie de Fermi mostradas en la figura 4.3. La pequeña superficie tipo pancake de la figura 4.3a proviene de la banda 4p del Se. Esta banda está centrada en el punto Γ con un ancho muy pequeño en la dirección k_z y es responsable de una parte muy pequeña de la densidad de estados (aproximadamente 5 %)[163]. Esta banda juega un papel importante en el transporte eléctrico, llevando la

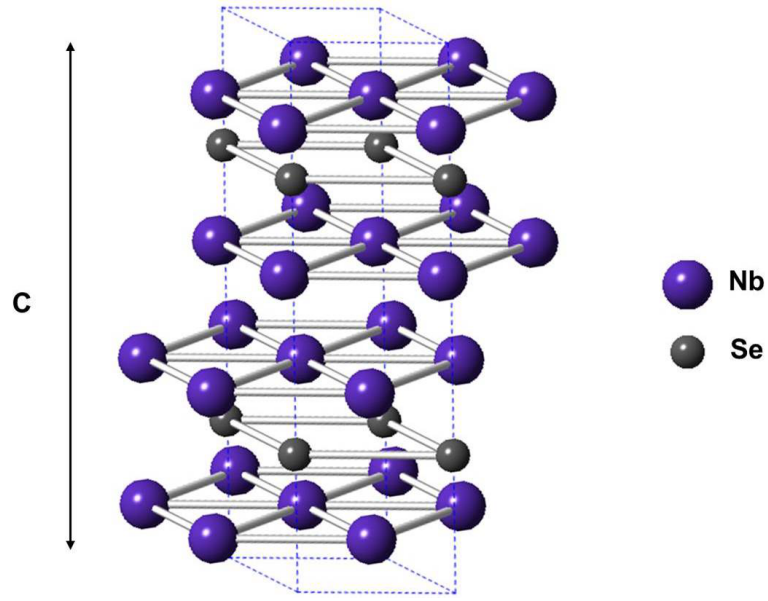


Figura 4.2: Estructura cristalina con simetría hexagonal del 2H-NbSe₂, el cual pertenece al grupo espacial P6₃/mmc. Los parámetros de red del NbSe₂ son $a_0=3.5 \text{ \AA}$ y $c=12.54 \text{ \AA}$.

mayor parte (aproximadamente 75 %) de la corriente en el eje c , por lo que es responsable del relativo carácter tridimensional de las propiedades de transporte. Las otras dos capas de la SF son derivadas de los orbitales 4d de “bonding” (figuras 4.3b) y “antibonding” (figuras 4.3c) del Nb, los cuales ya habían sido medidos en experimentos de espectroscopía de fotoemisión[164].

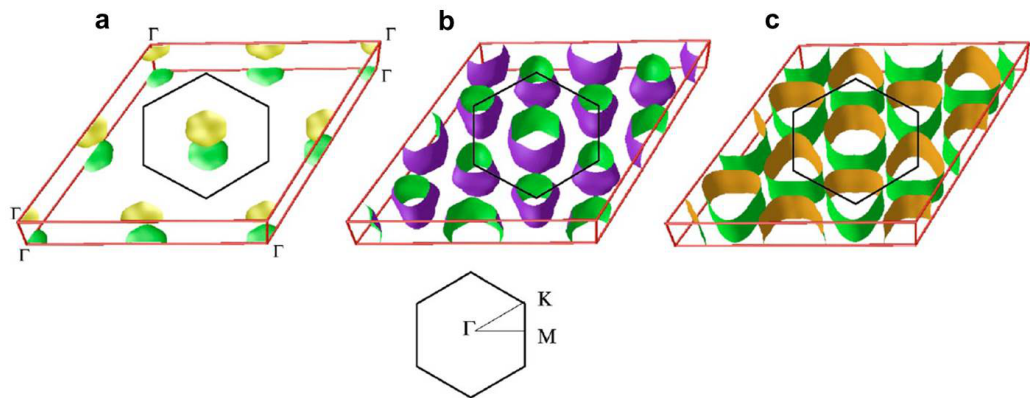


Figura 4.3: Representación de las tres capas de la superficie de Fermi (SF) en esquema extendido de la zona de Brillouin. En (a) se muestra la SF derivada de las bandas 4p de los átomos de Se. Las dos SF derivadas de las bandas de “bonding” y “antibonding” del Nb se muestran en (b) y (c) respectivamente. Los hexágonos dentro de cada imagen indican la primera zona de Brillouin[163].

NbSe₂ sufre una transición al estado de onda de densidad de carga a una temperatura $T_{CDW} = 33.5$ K[167], con una super-red cuasi-conmensurada de $3a_0 \times 3a_0$ (donde a_0 es el parámetro de red en el plano) alineada en la misma dirección de los ejes cristalográficos. Esta ODC tiene una forma parecida a la expuesta en el capítulo 3 para TaSe₂ y TaS₂ en la fase 2H. Los tres vectores de ODC en la SF están alineados paralelos a la dirección ΓM con magnitud $\frac{2}{3} |\Gamma M|$. A pesar de que el origen de la transición de ODC sigue siendo desconocido, hay consenso en que, al menos en los dicalcogenuros, está estrechamente relacionado con su estructura electrónica cerca del nivel de Fermi[42].

4.4. Propiedades superconductoras del NbSe₂

Las propiedades superconductoras de NbSe₂, al igual que las del resto de compuestos pertenecientes a la familia de los dicalcogenuros, son anisótropas. Esta anisotropía es el resultado del carácter quisi-bidimensional de su estructura cristalina y electrónica. NbSe₂ presenta una transición al estado superconductor a una temperatura crítica de 7.2 K, la cual coexiste, al igual que en el TaSe₂ y TaS₂, con un orden de densidad de carga. Este compuesto dentro de los dicalcogenuros, es el más estudiado en su estado superconductor, en parte debido a que tiene una T_C relativamente alta, lo que amplía el número de técnicas que se pueden utilizar para su estudio, así como a la disponibilidad de muestras de alta calidad con zonas grandes y planas que no son difíciles de obtener por la técnica de crecimiento por transferencia de vapor en este material[43]. Por estas razones, NbSe₂ ha sido usado como un sistema modelo en el estudio de las propiedades superconductoras, particularmente en las referentes a la red de vórtices superconductores.

Mediciones macroscópicas de calor específico y conductividad térmica[168, 169, 170], reflejan las características anisótropas de la superconductividad en este compuesto. Los resultados de conductividad térmica a bajas temperaturas en el estado de vórtices, revelan la existencia de dos longitudes de coherencia, situación que no se espera en un superconductor isótropo de onda s. Una de estas longitudes es asociada al campo crítico superior (H_{C2}) y la otra a un campo mucho más pequeño, del orden de $H_{C2}/9$. Este comportamiento se atribuye a superconductividad multibanda, la cual aparece cuando el gap superconductor tiene diferentes valores en diferentes zonas de la SF. En medidas de fotoemisión[172] a 5.3 K, se obtuvo un valor del gap superconductor de 1 meV en las capas de la SF derivadas del Nb, mientras que en algunos puntos de la capa de la SF derivadas del Se no se observó la presencia de un gap. Por otro lado, medidas de dHvA[165] realizadas a más baja temperatura (200 mK) muestran un gap de aproximadamente 0.6 meV asociado a la SF del Se. Este último resultado fue confirmado con medidas de la dependencia con la temperatura de la longitud de penetración[166], donde se encontró un gap superconductor proveniente de las bandas del Se. Adicionalmente, mediciones de STM

detectaron al menos dos valores para el gap superconductor de NbSe₂[139]. No obstante, aunque sigue habiendo controversia alrededor de la forma en la que el gap superconductor se abre en las diferentes zonas de la SF, las evidencias experimentales confirman al NbSe₂ como un superconductor anisótropo multibanda. Adicionalmente a la superconductividad multibanda del NbSe₂, se observó en mediciones de espectroscopía túnel[140, 171] una anisotropía en la DOS en el plano, debido a la influencia de la onda de densidad de carga sobre la superconductividad. Este trabajo demostró que la forma de estrella de los vórtices en NbSe₂ (que se verá en la siguiente sección) es una consecuencia de la anisotropía del gap superconductor inducida por la onda de densidad de carga.

Antes de presentar los resultados experimentales, se resumirán las principales propiedades conocidas de la red de vórtices superconductores en NbSe₂, haciendo especial hincapié en los estudios de la red en función del ángulo de aplicación del campo magnético \vec{B} .

4.4.1. Red de vórtices superconductores en NbSe₂

En 1989, en los laboratorios Bell, Hess y sus colaboradores[96] midieron por primera vez la red de vórtices en el superconductor NbSe₂ utilizando un STM/S. En este trabajo, mapas las variaciones espaciales de la conductancia túnel, para un campo magnético axial de 1 T, permitieron observar la red de Abrikosov mostrada en la figura 4.4a.

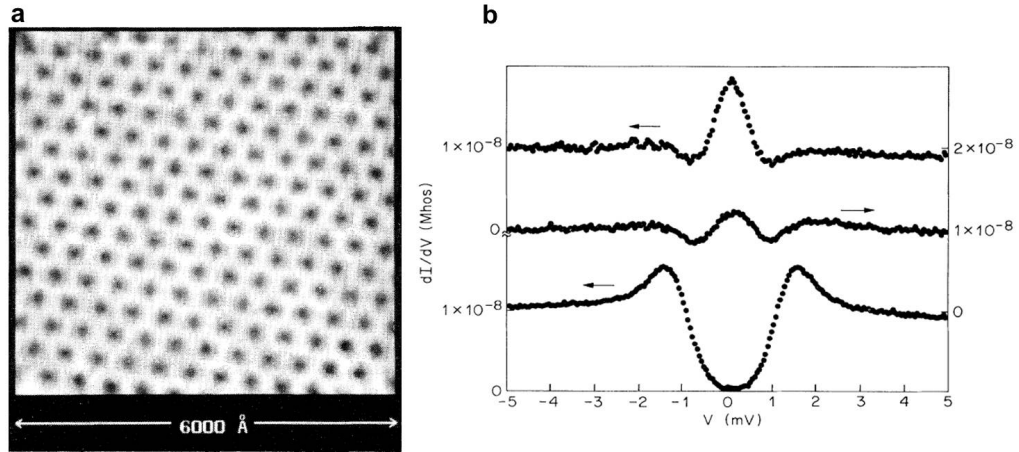


Figura 4.4: (a) Red de vórtices en NbSe₂ para un campo magnético aplicado de 1 T perpendicular a la superficie, a 1.8 K. La escala de grises corresponde a variaciones de la conductancia túnel desde 1×10^{-8} a 1.5×10^{-9} . (b) Curvas de conductancia túnel vs voltaje bias tomadas en tres posiciones diferentes respecto a un vórtice individual: (de arriba a abajo) sobre el vórtice, a 75 Å y a 2000 Å del centro del vórtice[96].

Hess consiguió medir el gap superconductor del NbSe₂ en función de la temperatura, cuyo

comportamiento se ajustó a lo esperado por la teoría BCS. El resultado más sorprendente de este trabajo, como muestra la figura 4.4b, fue encontrar la aparición de un pico en la conductancia túnel centrado a la energía de Fermi (E_F) en el núcleo de los vórtices, en vez de la curva plana asociada al estado normal dentro del vórtice. Este resultado había sido predicho teóricamente en 1964 por Caroli, de Gennes y Matricón[95], los cuales propusieron la existencia de estados localizados dentro de los vórtices a energías por debajo del gap superconductor, para superconductores en el límite limpio.

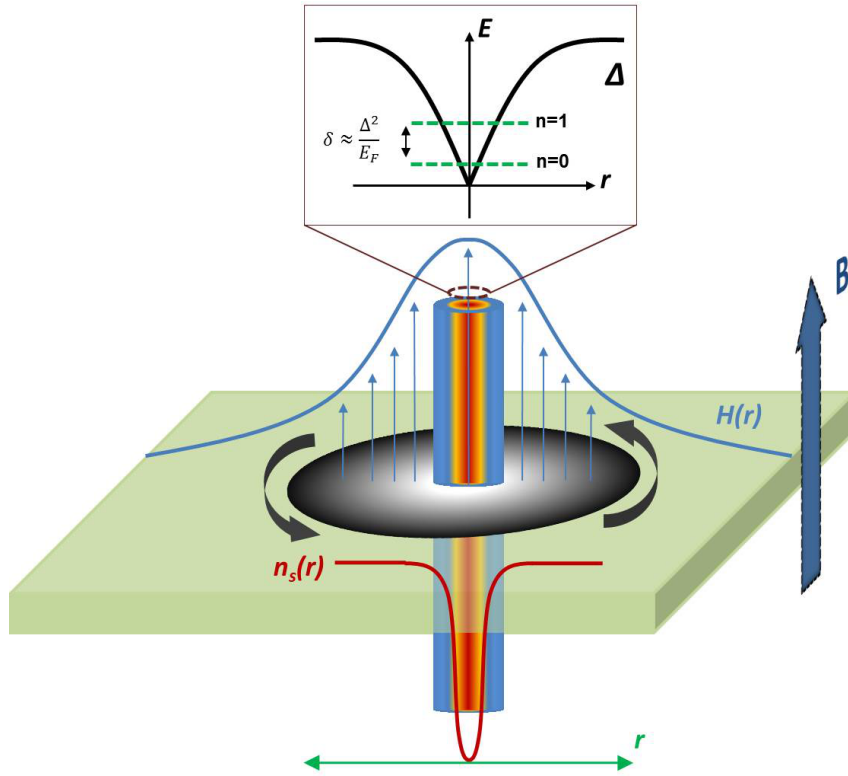


Figura 4.5: Representación esquemática de un vórtice con \vec{B} perpendicular a la superficie. Las flechas grises indican la dirección de las supercorrientes, las cuales van desapareciendo hasta llegar al núcleo del vórtice. El campo magnético penetra el vórtice, como lo indica la curva azul, aproximadamente una distancia de tres veces el tamaño del núcleo. La curva negra en el recuadro superior indica la variación espacial del gap dentro del vórtice. El vórtice actúa como un pozo de potencial de altura Δ y anchura 2ξ , en el que aparecen estados discretos de estados (líneas verdes punteadas) con una separación en energía del orden de $\delta \approx \frac{\Delta^2}{E_F}$ y que dan lugar a la aparición de estados ligados de Andreev.

Los núcleos de los vórtices, en este caso, son un sistema complejo en el cual las propiedades electrónicas están dominadas por corrientes de pares de Cooper circundantes, que progresivamente desaparecen en el centro del vórtice, favoreciendo la aparición de estados cuánticos localizados. El vórtice superconductor puede ser modelado como un pozo de

potencial de cuasipartículas con energías menores a Δ , cuya forma dependerá en primera instancia de la longitud de coherencia ξ , la cual determina la forma en la que el gap se cierra en el núcleo (ver figura 4.5). En el centro de los vórtices aparece un espectro discreto de estados a energías $E_n = (\frac{1}{2} + n) \frac{\Delta^2}{E_F}$, donde $n = 0, 1, 2, 3, \dots$, con $E_0 = \frac{1}{2} \frac{\Delta^2}{E_F}$ la energía del estado fundamental[100]. El experimento de Hess se convirtió en la prueba experimental de la existencia de los estados localizados dentro del vórtice, predicha por Caroli, de Gennes y Matricón.

Un año después de la publicación en la que demostraba la presencia de estados localizados en los núcleos del vórtice, Hess presentó un nuevo trabajo en el que se describió con más detalle la variación espacial de la conductancia túnel dentro del vórtice[152]. En éste se muestra como el pico en la conductancia túnel en el núcleo del vórtice se desplaza hacia voltajes bias mayores cuando se aleja del centro del núcleo. Este comportamiento puede ser entendido con la representación del vórtice como un pozo de potencial de altura Δ y ancho 2ξ . Cada estado de energías $E_n = (\frac{1}{2} + n) \frac{\Delta^2}{E_F}$ tiene una densidad de probabilidad diferente, en el centro del vórtice (o del pozo) la densidad de probabilidad del estado fundamental es máxima, dando como resultado el pico centrado en E_F . Al moverse del centro del vórtice, el pico aparecerá en las energías correspondientes a los estados con mayor densidad de probabilidad. Este corrimiento y cambios de la conductancia alrededor del vórtice no se produce de forma equivalente en todas las direcciones. Cuando se traza el mapa de conductancia túnel a voltaje cero, como muestra la figura 4.6, aparece en torno al núcleo una forma de estrella de seis picos. Los rayos de la estrella se orientan a 30° con respecto del eje de alta simetría de la red de vórtices, y por consiguiente, también a 30° de las direcciones de los vectores cristalinos en el plano. El tamaño del núcleo de un vórtice está determinado por una distancia radial de decaimiento desde el centro del núcleo del orden de la longitud de coherencia ξ , en este caso del orden de 10 nm. Los seis rayos del vórtice pueden ser interpretados como las direcciones donde el gap superconductor no se recupera en su totalidad fuera del núcleo.

En trabajos anteriores realizados en el Laboratorio se pudo determinar la forma exacta en la que la conductancia túnel varía respecto a las diferentes direcciones de la estrella en el vórtice[173]. Esta variación se muestra en la figura 4.7, donde se ve la evolución paulatina de las curvas entrando por el rayo y en medio de dos rayos de la estrella. Esta diferencia en la conductancia túnel es la que da origen a esta peculiar forma. Adicionalmente a la evolución espacial del estado localizado, es posible ver de forma más clara en la figura 4.7a como los rayos de la estrella se desdobl原因 al aumentar la energía hasta que, a 0.45 mV, gira 30° con respecto a la posición inicial. Otro aspecto relevante que se puede extraer de estas figuras, particularmente de la red de vórtices a voltaje cero, es que en el punto donde los rayos de tres vórtices se encuentran, la conductancia túnel sufre un ligero aumento. Esto podría estar relacionado con la forma en que los núcleos de los vórtices interactúan entre

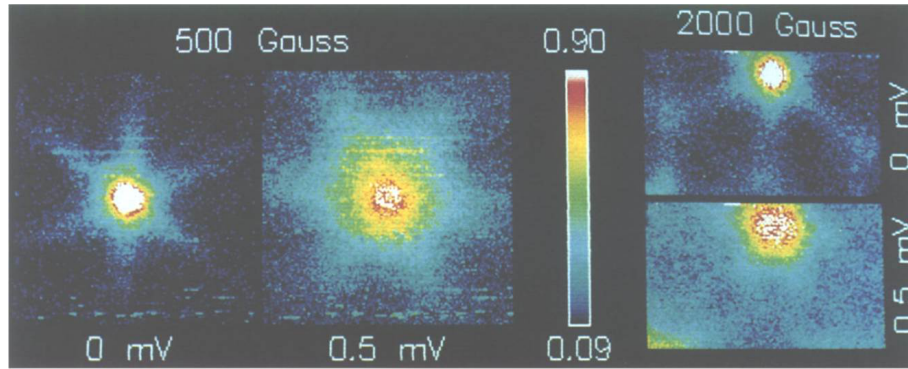


Figura 4.6: Mapa de espectroscopía túnel a cero bias y 0.5 mV para un campo de 0.2 T. A cero bias el vórtice tiene forma de estrella de seis picos la cual, al reconstruir el mapa a 0.5 mV rota 30° [152].

ellos. Estas variadas e interesantes características de la red de vórtices superconductores solo han sido vistas en NbSe₂. Otro compuesto con propiedades similares al NbSe₂, pero sin ODC es el NbS₂, el cual exhibe una red de vórtices con estados localizados en el núcleo, pero sin anisotropía en el plano[171] que lleven a la particular forma de estrella.

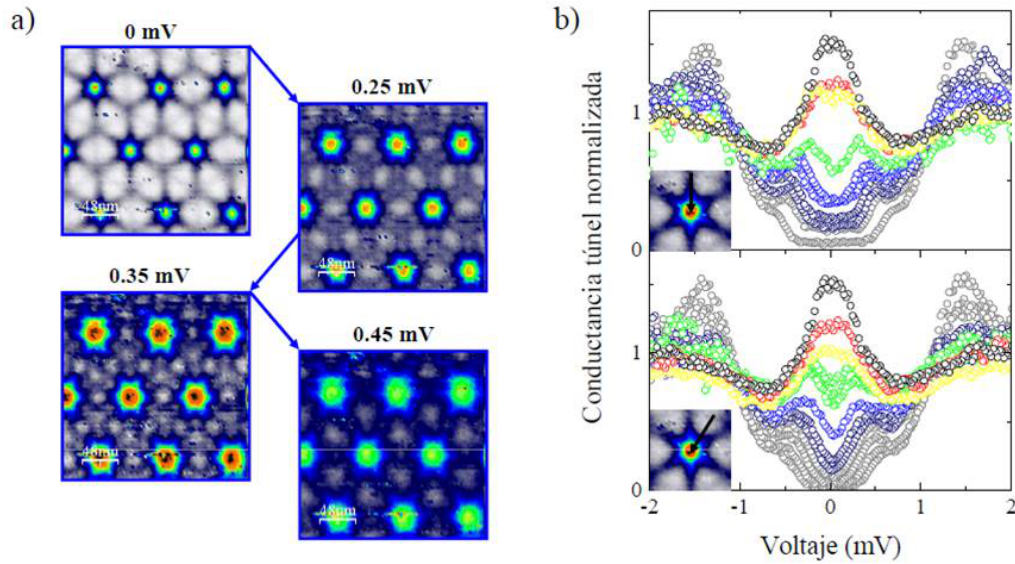


Figura 4.7: Imágenes de espectroscopía túnel de la red de vórtices en NbSe₂ obtenidas a 0.1 K con campo magnético perpendicular a la superficie de 0.15 T. Se observa como al aumentar el voltaje los rayos se desdobl原因 (0.25 y 0.35 mV), hasta girar 30° con respecto a su posición original. b) Curvas de conductancia túnel obtenidas a 0.1K y 0.03T a lo largo de una línea de 60 nm desde el núcleo del vórtice hacia el exterior, siguiendo la dirección del rayo (arriba) y entre rayos (abajo)[173].

Adicionalmente a estos trabajos, Hess y sus colaboradores estudiaron la forma de la red de vórtices y del núcleo individual cuando \vec{B} se aplica en diferentes ángulos respecto a la superficie de la muestra. Este trabajo, publicado en 1994[161] fue una de las principales motivaciones que llevaron al desarrollo de la investigación presentada en este capítulo. En primer lugar, encontraron la formación de una red de vórtices distorsionada al aumentar el ángulo de \vec{B} , la cual está de acuerdo con la teoría de superconductores anisótropos en presencia de campos inclinados[174].

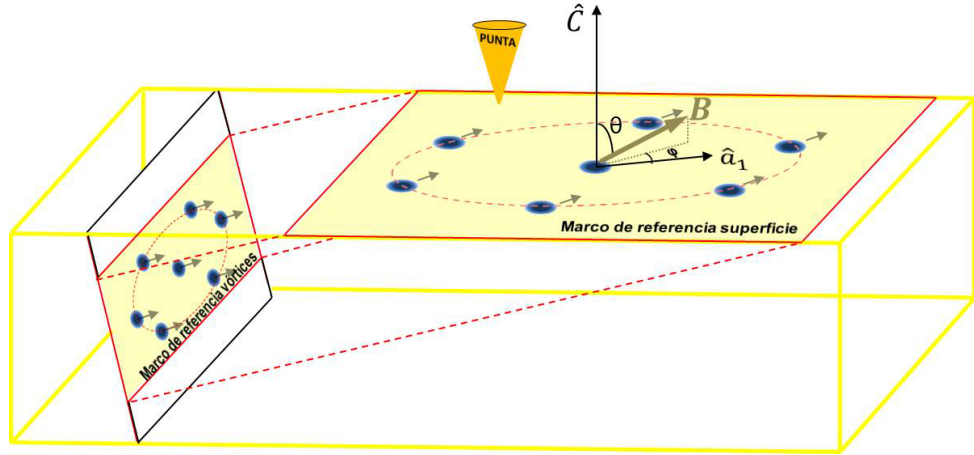


Figura 4.8: Esquema de la red de vórtices en un campo magnético inclinado un ángulo θ respecto al eje c . El marco de referencia de la superficie corresponde a lo que se vería con el STM en la superficie de la muestra. El marco de referencia de los vórtices corresponde a un corte transversal perpendicular a la dirección de \vec{B} . El ángulo φ señala la dirección azimutal del campo magnético respecto a uno de los vectores de la red cristalina en la superficie.

Para entender los resultados del trabajo de Hess se usará el esquema mostrado en la figura 4.8, el cual representa la configuración de la red de vórtices en un campo magnético inclinado un ángulo θ respecto al eje c . Los seis vectores de primeros vecinos de un vórtice en una red de Abrikosov, con el campo aplicado perpendicular a la superficie, pueden ser conectados por un círculo. Si el superconductor fuera isótropo, este círculo debería permanecer invariable ante rotaciones del ángulo del campo magnético, solo variando su radio en el caso en que la magnitud del campo aumente o disminuya. En contraste, Hess encontró que el círculo se convierte en una elipse (elipses rojas con línea punteada en la figura 4.8), donde en el caso del marco de referencia de los vórtices, el semieje menor de radio γ varía con el ángulo del campo magnético siguiendo la predicción de la teoría de Ginzburg-Landau (GL) para superconductores anisótropos[176]:

$$\gamma(\theta) = \left[1 + \frac{m_a}{m_c} \tan^2(\theta) \right]^{1/4} \cos^{1/2}(\theta) \quad (4.1)$$

donde $\frac{m_a}{m_c}$ es la fracción de masas efectivas en las direcciones correspondientes a los ejes cristalinos a y c.

Según puede verse en la figura 4.8, debido a la inclinación del campo y la anisotropía del material el radio del semieje mayor de la elipse del marco de referencia de los vórtices, corresponde con el semieje menor de la elipse del marco de referencia de la superficie. Los resultados de Hess sobre la distorsión de la red en función del ángulo del campo aplicado se muestran en la figura 4.9, para dos ángulos azimutales diferentes.

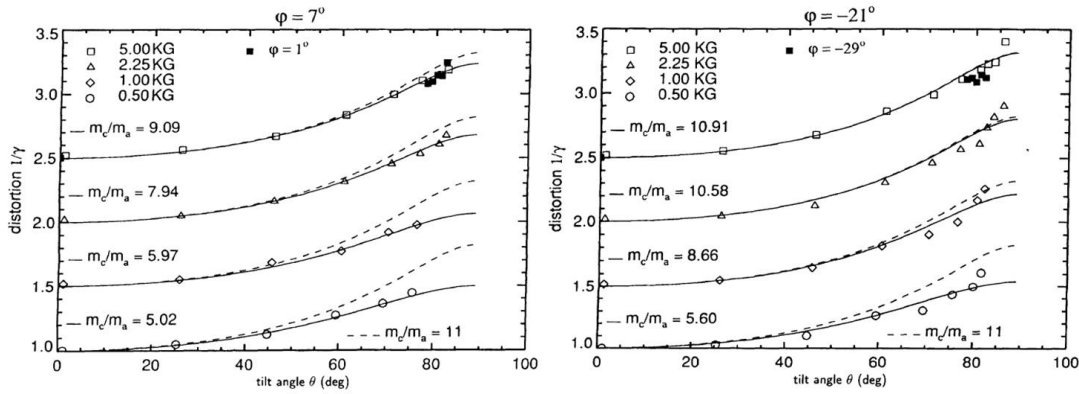


Figura 4.9: Semieje mayor normalizado $1/\gamma$ de la elipse en el marco de referencia de los vórtices que describe la distorsión de la red, para dos ángulos azimutales. Las líneas corresponden al fit usando la ecuación 4.1 para diferentes valores de masas efectivas[161].

La red de vórtices se distorsiona siguiendo el comportamiento anterior hasta ángulos cercanos a 75° , donde empieza a seguir un comportamiento completamente diferente, que no se ajusta a la teoría GL. Cuando el ángulo de \vec{B} es grande, la configuración de la red de vórtices se vuelve mucho más complicada. Para ángulos cercanos a 78° , la red de vórtices vista en las imágenes de espectroscopía (marco de referencia de la superficie) muestran que los vórtices empiezan a alinearse en cadenas, las cuales, al subir el ángulo por arriba de 80° sufren una serie de nuevas distorsiones en forma de zig-zag.

Con la inclinación del ángulo otro fenómeno fue detectado: la forma de la estrella de los vórtices para ángulos grandes cambia de una estrella de seis rayos a una especie de cometa de tres colas (ver figura 4.10). Adicionalmente, para ángulos cercanos a 90° aparecen líneas en la misma dirección del campo en el plano, las cuales Hess interpretó como una posible red de vórtices más densa subsuperficial.

El objetivo de este capítulo es explorar la red de vórtices en NbSe₂ bajo la influencia de campos magnéticos inclinados, generados por el imán de tres ejes construido en el desarrollo de esta tesis y expuesto en el capítulo 2. En particular estamos interesados en investigar el comportamiento del núcleo de los vórtices y su forma de estrella de seis puntas bajo campos magnéticos muy inclinados. También estudiaremos la relación de los

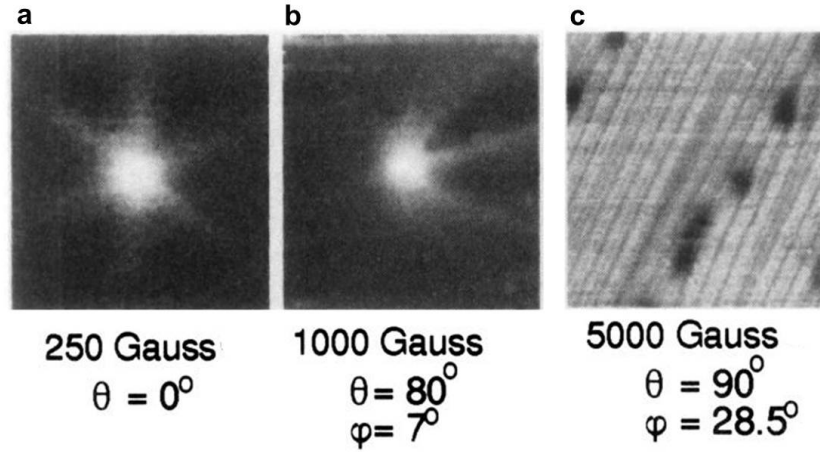


Figura 4.10: Imagen de espectroscopía a voltaje cero del núcleo de un vórtice para (a) campo perpendicular a la superficie y (b) una inclinación de 80° respecto al eje c. La forma del vórtice pasa de una estrella de seis puntas para campo perpendicular a una forma de cometa de tres puntas para campo inclinado. (c) Imagen de espectroscopía túnel para un ángulo paralelo a la superficie donde aparecen líneas en la dirección del campo[161].

estados localizados en el núcleo con la dinámica de vórtices.

4.5. Resultados experimentales en NbSe₂

4.5.1. Red de vórtices bajo campo axial

Las muestras de NbSe₂ fueron crecidas por la técnica de transporte por vapor en el laboratorio de L. Cairo (Nantes). Las muestras se pegaron en portamuestras de cobre con epoxy de plata y posteriormente fueron exfoliadas con celo adhesivo.

La figura 4.11a muestra la red hexagonal de átomos de Se en la superficie del NbSe₂, obtenidas en una zona donde se tomó la red de vórtices mostrada en la figura 4.11c. La imagen de topografía nos permite determinar los vectores de la red atómica hexagonal (\mathbf{a}_k) de la superficie, los cuales tienen la misma dirección de los vectores de primeros vecinos de la red de vórtices[175]. En la figura 4.11c se muestra una imagen de espectroscopía túnel para un campo magnético de 0.6 T aplicado a lo largo del eje c. Los vórtices muestran su peculiar forma de estrella de seis puntas en una red hexagonal. El vector \mathbf{b}_k de la red de vórtices tiene la misma dirección del vector \mathbf{a}_k de la red atómica, de forma que, la dirección de los rayos de las estrellas forma 30° con respecto a los vectores \mathbf{a}_k o \mathbf{b}_k . Las curvas de conductancia túnel en las diferentes zonas de la red de vórtices se muestran en la figura 4.11d, donde se observa el estado localizado a la energía de Fermi (E_F) dentro del núcleo del vórtice.

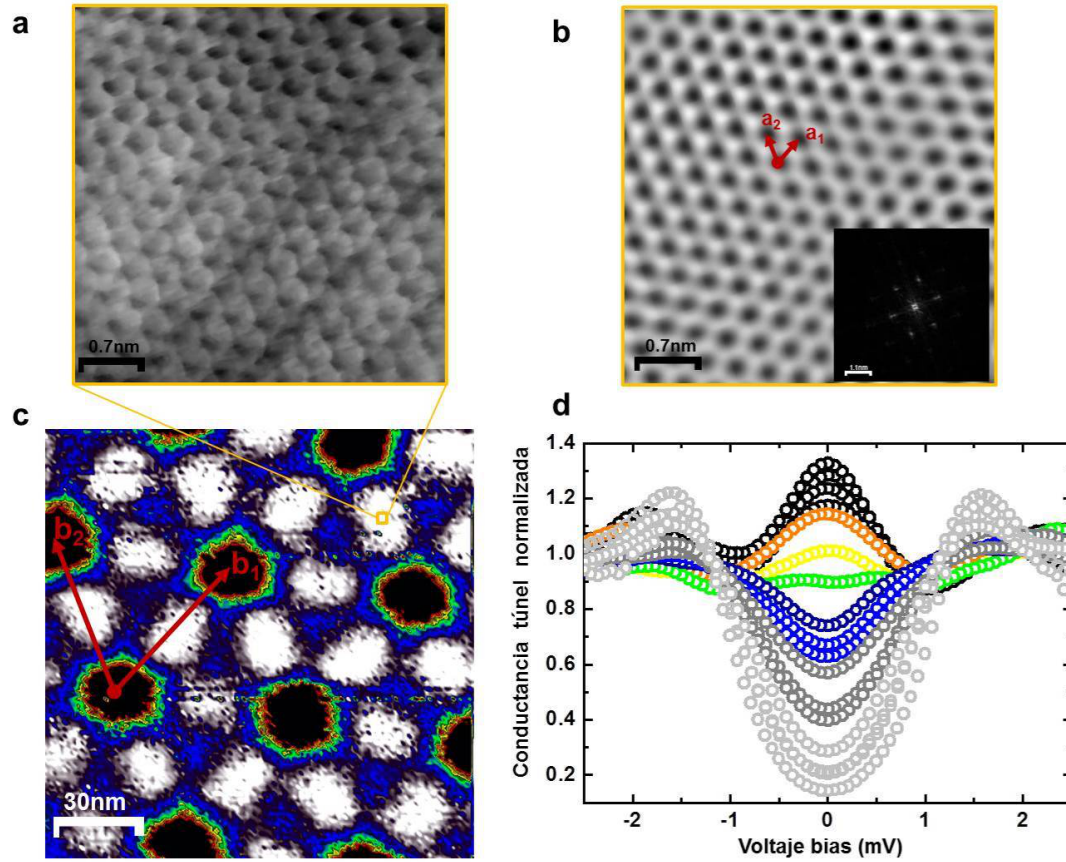


Figura 4.11: (a) Imagen de resolución atómica donde se ve la red hexagonal formada por los átomos de Se en la superficie. (b) Topografía de resolución atómica filtrada usando solo los picos de Bragg en la transformada de Fourier correspondientes a la modulación atómica. La imagen insertada muestra la transformada de Fourier, la cual permite determinar los vectores \mathbf{a}_1 y \mathbf{a}_2 de la red cristalina en la superficie. (c) Imagen de espectroscopía túnel de la red de vórtices en NbSe₂ a 0.15 K y 0.6 T, para campo magnético aplicado perpendicular a la superficie. (d) Curvas de conductancia túnel vs voltaje bias obtenidas del mapa de espectroscopía mostrado en c. Las curvas y la imagen de espectroscopía tienen el mismo código de colores.

4.5.2. Red de vórtices bajo campos inclinados

El estudio de la red de vórtices se llevo a cabo, como muestra el esquema de la figura 4.8, aplicando un campo magnético con una inclinación θ medida respecto al eje c y un ángulo azimutal φ de la proyección del campo sobre la superficie, medido con respecto a la dirección del vector \mathbf{a}_1 (o \mathbf{b}_1), determinado por medio de imágenes de resolución atómica (figura 5.11). Como se explicó en el capítulo 2, el campo magnético es aplicado con una bobina superconductora de tres ejes, diseñada de forma tal que la muestra está ubicada en su centro geométrico.

Para evitar errores en la medida del ángulo de inclinación del campo, debido a posibles

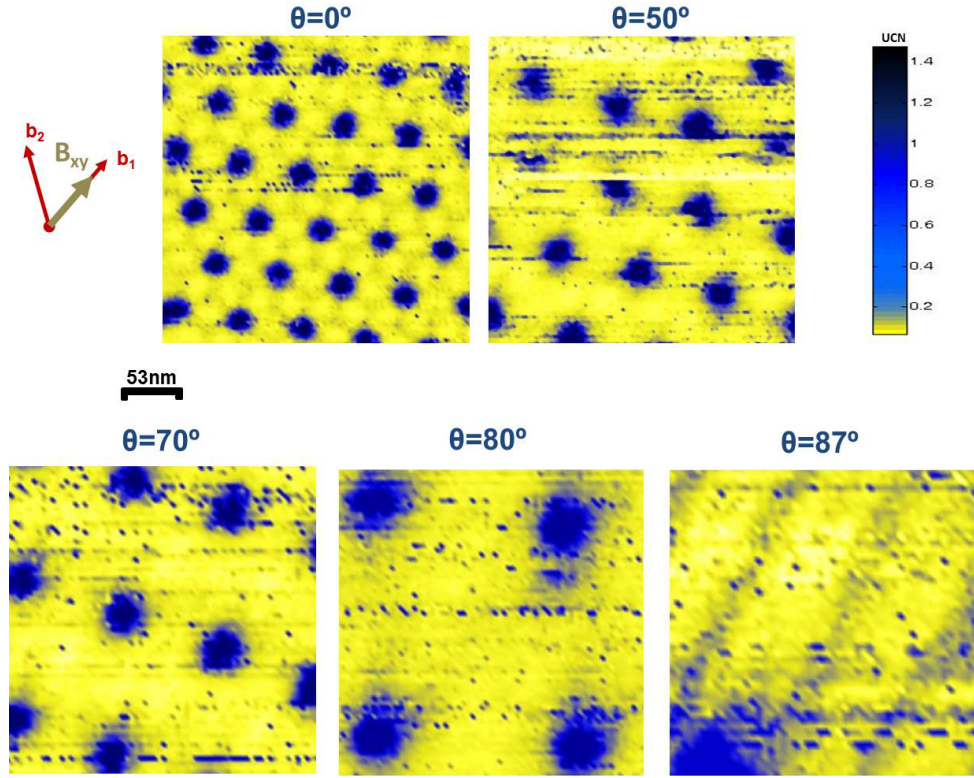


Figura 4.12: Imágenes de espectroscopía túnel de la red de vórtices en NbSe₂ a 0.15 K y 0.6 T, para un ángulo azimutal constante de $\varphi=0$ y diferentes ángulos de inclinación θ . Los vectores de primeros vecinos de la red de vórtices se indica en la imagen para $\theta=0$. El ángulo de inclinación θ se mide respecto al eje c, mientras que el ángulo azimutal se mide respecto a la dirección del vector cristalino \mathbf{a}_1 (o \mathbf{b}_1 de la red de vórtices) obtenido por imágenes de resolución atómica. La dirección de inclinación del vector de campo magnético \mathbf{B} está señalada.

desalineaciones entre el eje c de la muestra y el eje z de la bobina, es necesario hacer una corrección en el valor de θ . Para ello se usa una imagen de vórtices a un campo magnético determinado B_z , de forma que a partir de la densidad de vórtices se calcula el valor de campo magnético B_{\perp} perpendicular a la superficie. Con estos datos se calcula el ángulo θ_c , entre el eje c de la muestra y el eje z de la bobina, como $\cos(\theta_c) = B_z/B_{\perp}$. De esta forma el ángulo de inclinación del campo magnético aplicado en cada caso se define como $\theta = \theta_i - \theta_c$, donde θ_i es el ángulo de inclinación del campo aplicado según la geometría del imán. El ángulo θ_c en ningún caso superó los 1.5° y fue corregido en todos los valores de θ .

La figura 4.12 muestra la red de vórtices para cinco ángulos de inclinación θ del campo magnético con respecto al eje c, con un ángulo azimutal $\varphi=0$. Nótese que este ángulo azimutal $\varphi=0$ establece una dirección de inclinación para el campo magnético en la misma dirección de uno de los ejes de alta simetría de la red de vórtices, lo que implica que la

componente de campo tendrá un ángulo de 30° con respecto a la dirección de los rayos de la estrella. La red de vórtices sufre una distorsión considerable en todas las direcciones, la cual es mayor en la dirección de inclinación del campo. Como se explicó en la sección anterior, cuando el campo magnético es aplicado perpendicular a la superficie ($\theta=0$), los primeros vecinos de cualquier vórtice pueden ser unidos por un círculo imaginario de radio $|b|$. A medida que el ángulo de inclinación crece, el círculo se transforma en una elipse, tanto en el marco de referencia de los vórtices, como en el de la superficie (ver esquema de la figura 4.8). Según la teoría de GL para superconductores anisótropos[176], el semieje menor de la elipse en el marco de referencia de los vórtices sigue el comportamiento descrito por la ecuación 4.1. La figura 4.13a muestra la dependencia con el ángulo de la densidad de vórtices calculada con la ecuación 4.1, junto con la densidad experimental. Es importante notar que, aunque la curva parece ajustarse mejor para ángulos altos, las imágenes de espectroscopia en estos rangos tienen muy pocos vórtices, por lo que la medida de densidad es mucho menos precisa. La figura 4.13a muestra que la variación de la densidad de vórtices al variar el ángulo, se ajustan a lo esperado por la teoría de GL para superconductores anisótropos. La imagen de espectroscopia para $\theta = 80^\circ$ de la figura 4.13 muestra como los próximos vecinos del vórtice central caen de forma exacta sobre una elipse con el semieje mayor en la misma dirección de la inclinación de \vec{B} .

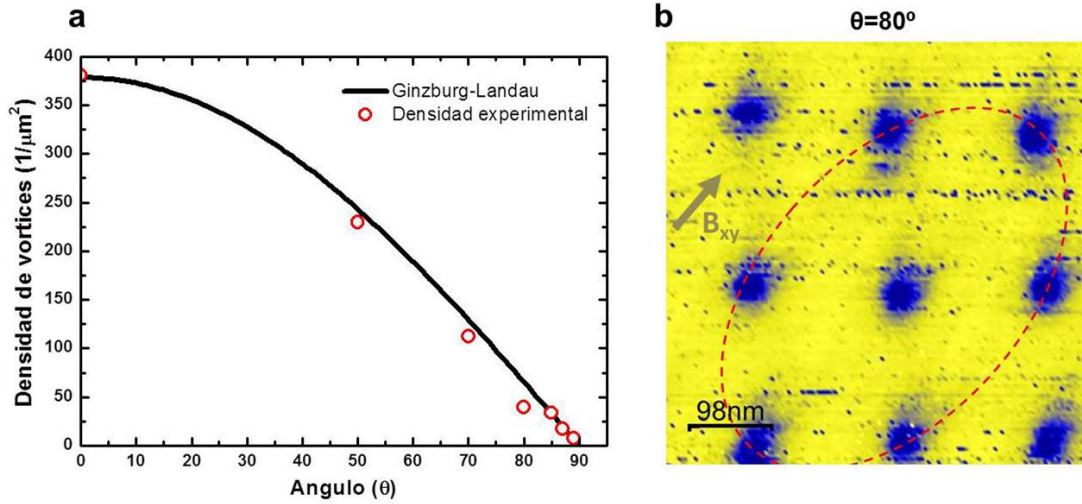


Figura 4.13: (a) Densidad de vórtices teórica (línea negra continua) y experimental (círculos rojos) vs ángulo del campo magnético. (b) Red de vórtices a 0.15 K y 0.6 T con un ángulo de inclinación $\theta=80^\circ$ y azimutal $\varphi=0^\circ$, donde los primeros vecinos de cada vórtice pueden ser unidos por una elipse, en este con excentricidad de 0.8. La proyección del vector de campo magnético sobre el plano está indicada por la flecha marrón.

La rotación del campo no solo revela la distorsión sufrida por la red de vórtices. Adicionalmente, para ángulos de inclinación grandes se observa la aparición de líneas, aparen-

temente en la dirección de la componente de \vec{B} en el plano, como muestra la figura 4.12. Estas líneas fueron observadas también por Hess[161] (ver figura 4.10c) para ángulos mayores a 80° . El trabajo de Hess no dejó claro cual es el origen de estas líneas: ya que bien podría ser un efecto de superficie proveniente de los rayos de las estrellas en los núcleos o el reflejo de una red de vórtices en la sub-superficie de la muestra.

El procedimiento de rotación de campo magnético fue repetido manteniendo constante la magnitud de campo magnético, pero con un ángulo azimutal de $\varphi=30^\circ$. En este caso la dirección de inclinación del campo coincide con la dirección de los rayos del núcleo del vórtice. La imagen de espectroscopía túnel para este procedimiento con $\varphi=30^\circ$ se muestra en la figura 4.14 junto con la obtenida previamente para $\varphi=0^\circ$.

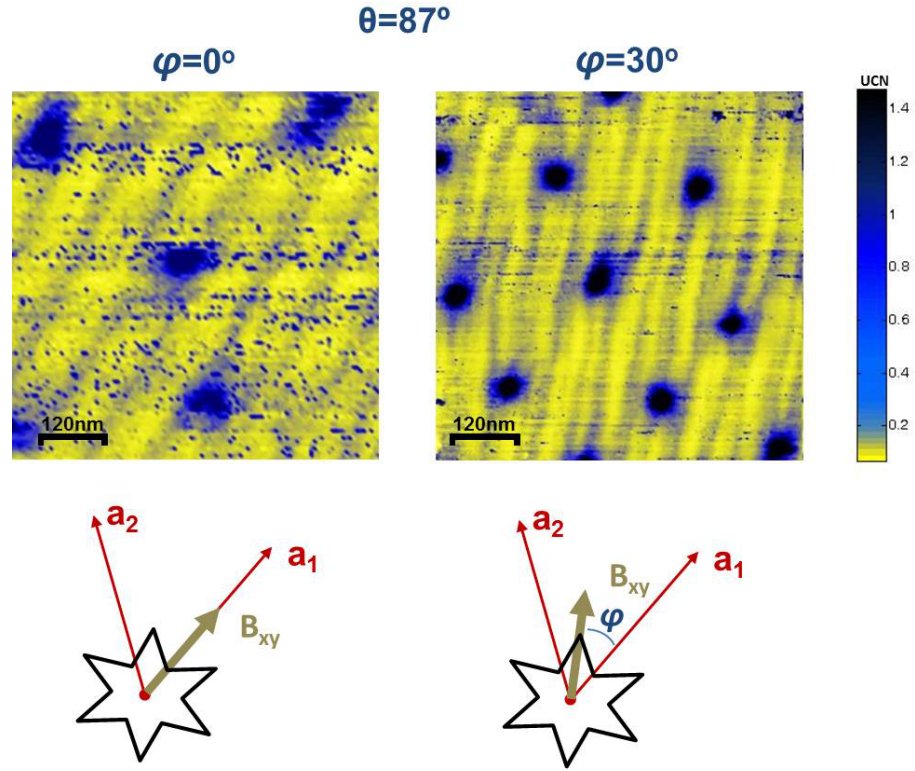


Figura 4.14: Red de vórtices para un campo magnético de 0.6 T inclinado un ángulo $\theta=87^\circ$ respecto al eje c, para dos ángulos azimutales, $\varphi=0^\circ$ y $\varphi=30^\circ$, respecto al vector \mathbf{a}_1 de la red de vórtices a $\theta=0^\circ$. Los esquemas inferiores muestran las direcciones de los vectores \mathbf{a}_k de primeros vecinos de la red de vórtices en la superficie para $\theta=0^\circ$, indicando la dirección de inclinación del campo y la dirección de los rayos de la estrella en los vórtices.

La figura 4.14 permite comparar la forma que toman las líneas y los vórtices para diferentes ángulos del campo en el plano. Para $\varphi=0^\circ$, donde la componente de campo en el plano está orientada 30° respecto a la dirección de los rayos de la estrella, las líneas aparecen equidistantes, con una separación promedio de 86 nm. En este caso los vórtices

aparecen siempre entre dos líneas y sus núcleos se ven un poco deformados. Cuando la dirección del campo tiene un ángulo azimutal $\varphi=30^\circ$, la forma de las líneas y los vórtices cambia drásticamente; las líneas son más delgadas con una separación promedio de 46 nm, aumentando la densidad de líneas respecto a la anterior. Las líneas están orientadas en la misma dirección del campo en el plano y presentan una desviación su dirección cuando se acercan al vórtice. Por cada vórtice se pueden contar tres líneas, las cuales conectan los vórtices.

La red de vórtices para estos ángulos parece recuperar su simetría hexagonal, de forma más clara en el caso de $\varphi = 30^\circ$, donde forman una red hexagonal distorsionada con una distancia promedio entre vórtices de 212 nm. En este caso los primeros vecinos caerían sobre una elipse muy redondeada, con una excentricidad de 0.45 y el semieje mayor en dirección perpendicular a la inclinación del campo. Esta excentricidad de la elipse es mucho menor que la observada en la red de vórtices de la figura 4.13b con $\theta = 80^\circ$.

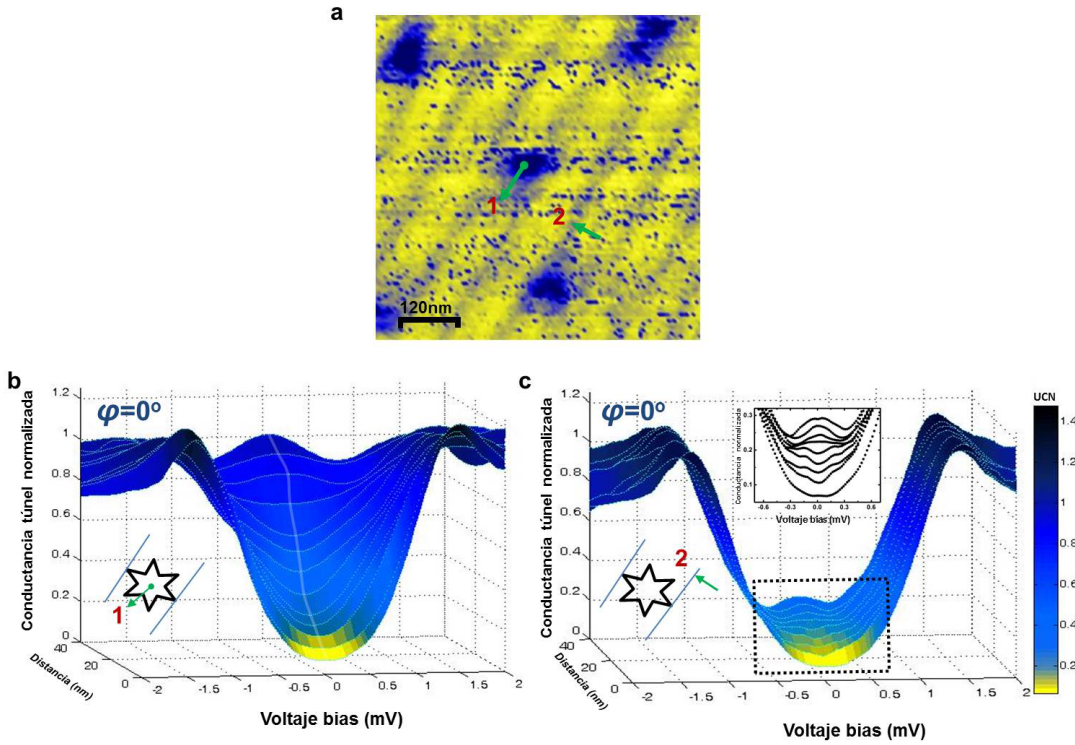


Figura 4.15: (a) Espectroscopia túnel a $\theta=87^\circ$ y $\varphi=0^\circ$ (b) Evolución de la conductancia túnel para el camino 1 mostrado en (a) desde el centro del núcleo hacia su exterior. (c) Evolución de la conductancia túnel para el camino 2 mostrado en (a) desde fuera de una de las líneas hasta su centro. La imagen insertada muestra una ampliación de las curvas en el rectángulo punteado. Todas las imágenes tienen la misma escala de colores.

A continuación se estudiará en detalle el tipo de curvas de conductancia túnel que da origen a las imágenes de espectroscopia mostradas en la figura 4.14 y discutidas en el

anterior párrafo. La figura 4.15 muestra la evolución de la conductancia túnel a lo largo de dos caminos en la imagen de espectroscopía para $\varphi=0^\circ$. Por el camino 1 (ver figura 4.15 a y b) las curvas evolucionan desde un pico en E_F en el centro del núcleo, hasta alcanzar el gap superconductor. El pico en la conductancia a voltaje cero, que evidencia la localización de estados en el núcleo, es más pequeño que el observado para campo paralelo al eje c (figura 4.12). Por otra parte, el camino 2 (ver 4.15 a y c) muestra la evolución de la conductancia túnel al entrar dentro de una línea. Al ingresar a una de las líneas, la conductancia a voltaje cero aumenta y a voltajes dentro del gap superconductor (imagen insertada en la figura 4.15c) aparece un pequeño pico. Este pico dentro del gap superconductor a voltaje cero, aparece en la mitad de la línea y sufre un desdoblamiento hacia energías mayores en los bordes de ésta.

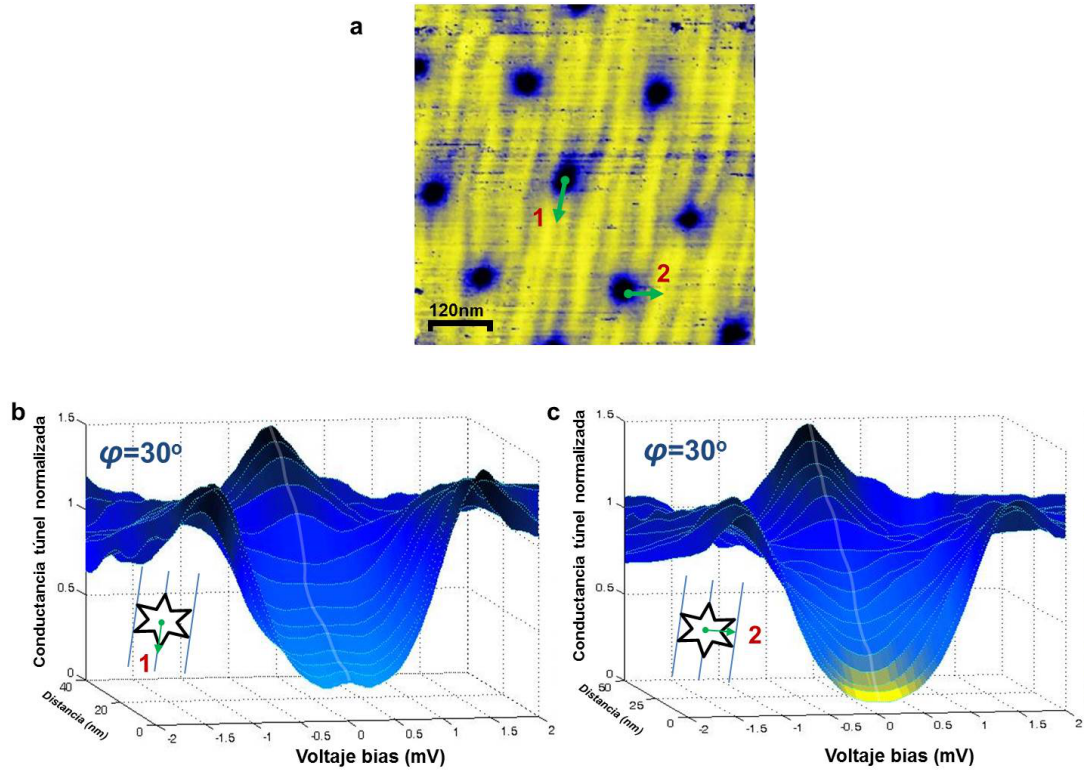


Figura 4.16: (a) Espectroscopia túnel a $\theta=87^\circ$ y $\varphi=30^\circ$ (b) Evolución de la conductancia túnel para el camino 1 mostrado en (a) desde el centro del núcleo hacia su exterior siguiendo la dirección de la línea. (c) Evolución de la conductancia túnel para el camino 2 mostrado en (a) desde el centro del núcleo hacia su exterior siguiendo una dirección perpendicular a las líneas. Todas las imágenes tienen la misma escala de colores.

La figura 4.16 muestra la evolución de la conductancia túnel a lo largo de dos caminos respecto a los vórtices y las líneas en la imagen de espectroscopía para $\varphi=30^\circ$. En este caso, en el centro de los núcleos aparece un pico en la conductancia a voltaje cero más

alto que en la espectroscopía para $\varphi=0^\circ$. Al alejarse del núcleo siguiendo el camino 1 (ver 4.16 a y b) paralelo a las líneas, el pico progresivamente se reduce, hasta que la curva se convierte en un gap superconductor con un pequeño pico en su interior, a E_F . Este pico pequeño tiene las mismas características que el encontrado en el centro de las líneas de la espectroscopía a $\varphi=0^\circ$. Al igual que en el anterior caso, los centros de las líneas en la espectroscopía conservan este pequeño pico a lo largo de su trayectoria y se desdoblan a energías mayores en los bordes. Por otra parte, la conductancia túnel desde el núcleo hacia su exterior, siguiendo el camino 2 (ver 4.16 a y c) perpendicular a las líneas, presenta una evolución marcadamente diferente. Las curvas al salir del núcleo son más agudas en torno a E_F .

Discusión de los resultados de vórtices bajo campos inclinados

Como se mostró en la figura 4.13, la densidad de vórtices al girar el campo magnético en la dirección de los vectores de alta simetría (\mathbf{a}_1) sigue la teoría de GL para superconductores anisótropos. A pesar de esto, la predicción de la forma de la elipse dada por la teoría de GL no se cumple para inclinaciones grandes del campo magnético. En el caso de inclinaciones grandes encontramos una red menos distorsionada, donde, en el caso de $\varphi=30^\circ$, los vecinos próximos caen sobre una elipse de baja excentricidad, cuyo semieje mayor está orientado perpendicular (y no paralelo) a la dirección del campo magnético en el plano. Este comportamiento visto en el marco de referencia de la superficie, indica que en el marco de referencia de los vórtices (ver figura 4.8) la distancia entre ellos se ve considerablemente reducida. Este efecto podría estar relacionado con la presencia de la barrera de potencial de Bean-Livingston[181] en la superficie, que como se mostró en la introducción, se opone a la entrada de los vórtices. Al ir inclinando el campo magnético, la superficie que deben cruzar los vórtices para entrar al material es cada vez mayor, de forma que la barrera de potencial adquiere mayor relevancia. Para ángulos θ lo suficientemente grandes, la obstaculización al ingreso de los vórtices proveniente de la barrera, podría generar un efecto de apilamiento de los vórtices en la superficie. Este efecto reduciría la distancia de los vórtices en la dirección perpendicular a la superficie en el marco de referencia de los vórtices. Este efecto cambiaría lo que vemos en el marco de referencia de la superficie, dando origen a una reducción del semieje mayor de la elipse.

Para estas redes de vórtices con \vec{B} casi paralelo al plano, aparecen líneas sobre las imágenes de espectroscopía. Las curvas de corriente túnel a lo largo del centro de las líneas muestran un estado localizado de baja energía dentro del gap. Este tipo de estado localizado se encuentran normalmente en los núcleos de los vórtices, que como se explicó en la sección 4.4.1, actúan como pozos de potencial para las cuasipartículas. Dada esta evidencia, es tentativo pensar en estas líneas como posibles vórtices en la subsuper-

ficie del plano ab . Dentro de esta posibilidad resulta imposible explicar que la densidad de líneas se duplique al rotar el campo 30° en el plano, como se observó en la figura 4.14. No obstante, en un trabajo anterior de Hess[177] se demostró que las curvas de conductancia túnel tomadas en el interior de los estados localizados extendidos, que dan lugar a los rayos de la estrella con el campo perpendicular a la superficie, presentan un pequeño aumento local de la conductancia en torno a E_F . Esto, junto con los resultados mostrados en las figuras 4.15 y 4.16, nos permite afirmar que las líneas observadas en las imágenes de espectroscopía tomadas cuando el campo magnético es prácticamente paralelo al plano, corresponden a los estados localizados que conforman el rayo de la estrella que están, sin embargo, mucho más extendidos especialmente que en la situación con el campo perpendicular al plano.

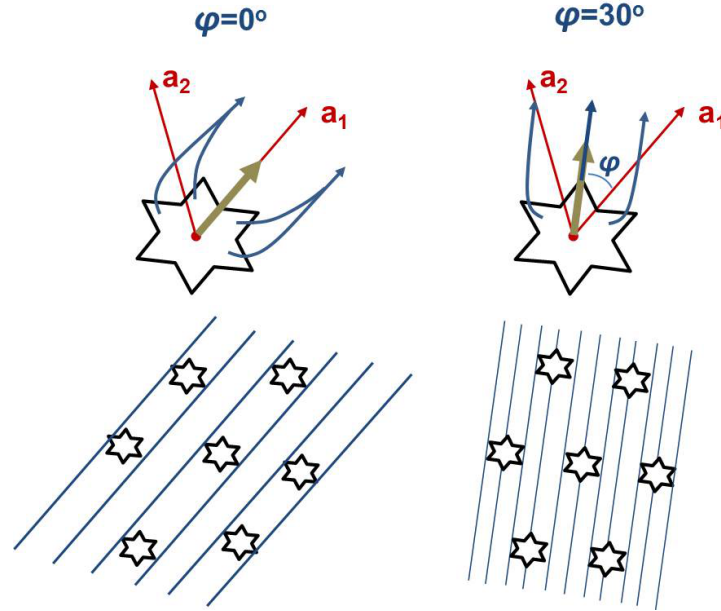


Figura 4.17: Representación esquemática de la desviación de los rayos de la estrella en los vórtices en NbSe₂. Para $\varphi = 0^\circ$ la estrella toma forma de cometa de dos colas al combinar dos de sus rayos entre sí. Mientras que para $\varphi = 30^\circ$, la estrella toma la forma de cometa de tres colas manteniendo sus rayos extendidos en la dirección del campo. Teniendo en cuenta el resto de vórtices en la red, los rayos de la estrellas (o colas del cometa) se combinarían dando origen a una red como la esquematizada en la zona inferior de la figura.

Para aclarar este punto y la diferencia encontrada entre las imágenes de espectroscopía para las diferentes direcciones de inclinación, pensemos en la forma que toma la estrella al rotar el campo. Como se mostró en la figura 4.10, Hess encontró que, aunque la estrella no rota con el campo, sus rayos se desvían en la dirección de inclinación de \vec{B} . La figura 4.17 muestra una representación esquemática de la forma que tomaría la estrella de un vórtice, según la desviación de los rayos, para dar origen a imágenes de espectroscopía como las

observadas en la figura 4.14. Las flechas curvas azules indican la dirección de desviación de los rayos de la estrella. En el caso de $\varphi = 0^\circ$ esta desviación ocasionaría que los rayos de la estrella se combinen (ver figura 4.17), dando origen a un vórtice con forma de cometa de dos colas. En el caso de $\varphi = 30^\circ$ la desviación se produciría en la dirección de uno de los rayos, manteniéndose independientes entre ellos, dando como resultado un vórtice con forma de cometa de tres colas. Si ahora tenemos en cuenta los demás vórtices, al igual que lo observado para campo paralelo al eje c , los rayos de un vórtice se combinarían con los rayos de los otros vórtices, dando lugar a las redes esquemáticas mostradas en la parte inferior de la figura 4.14. Con este esquema se explica la diferencia entre las redes de vórtices encontrada para los diferentes ángulos azimutales. Por lo tanto, las líneas en las espectroscopías esta relacionadas con extensiones en el plano de los rayos de las estrellas de los vórtices, más no con una red de vórtices en el volumen de la muestra. Lo que define la dirección en la que se extienden los estados localizados (es decir, los rayos) viene definida por la anisotropía del gap superconductor la cual a su vez, está determinada por la dirección de los ejes cristalinos. Por lo tanto, la situación es distinta cuando el campo magnético se aplica en la dirección dónde hay un máximo en la distribución del gap, que corresponde a la dirección entre rayos o un mínimo, que corresponde a la dirección de los rayos.

Por otra parte, las imágenes de espectroscopía para $\varphi=0^\circ$ y $\varphi=30^\circ$, mostradas en la figura 4.14, tienen una clara diferencia respecto a la forma del núcleo de los vórtices. Esta diferencia es debida, en parte a la diferente forma en la que interactúan con las líneas. Pero esta diferencia se debe también a un fenómeno inesperado encontrado en el caso de inclinaciones de \vec{B} en la misma dirección de los vectores de alta simetría. Los vórtices mostrados en las figuras 4.14 y 4.15 para $\varphi=0^\circ$ se están moviendo en la dirección de inclinación del campo. La imagen para $\varphi=0^\circ$ fue tomada en un tiempo menor a una hora, mientras que la imagen para $\varphi=30^\circ$ se tomo en casi 12 horas. Esta última seguía conservando la estructura de la red de vórtices mostrada en la figura 4.16a al cabo de 24 horas. Mientras que, en el caso de $\varphi=0^\circ$ al repetir la imagen un tiempo después la posición de los vórtices era diferente.

La figura 4.18 muestra la imagen de espectroscopía para $\varphi = 30^\circ$ construida para diferentes valores de voltajes bias. Al aumentar el voltaje (energía) aparece una clara diferencia en la densidad de estados en torno al vórtice. La imágenes muestran que la densidad de estados es mayor en el área arriba del vórtice que en el área debajo de éste, al incrementar el voltaje. Esta diferencia en la densidad de estados alrededor de los vórtices, está de acuerdo con recientes cálculos[179] de la densidad de estados en NbSe₂ (figura 4.18b)[179]. En este trabajo se muestra como una corriente en el superconductor induce cambios en la estructura electrónica de la red, a energías mayores a E_F . Según los cálculos de este trabajo, estos cambios se observan como un aumento y reducción de la densidad de estados

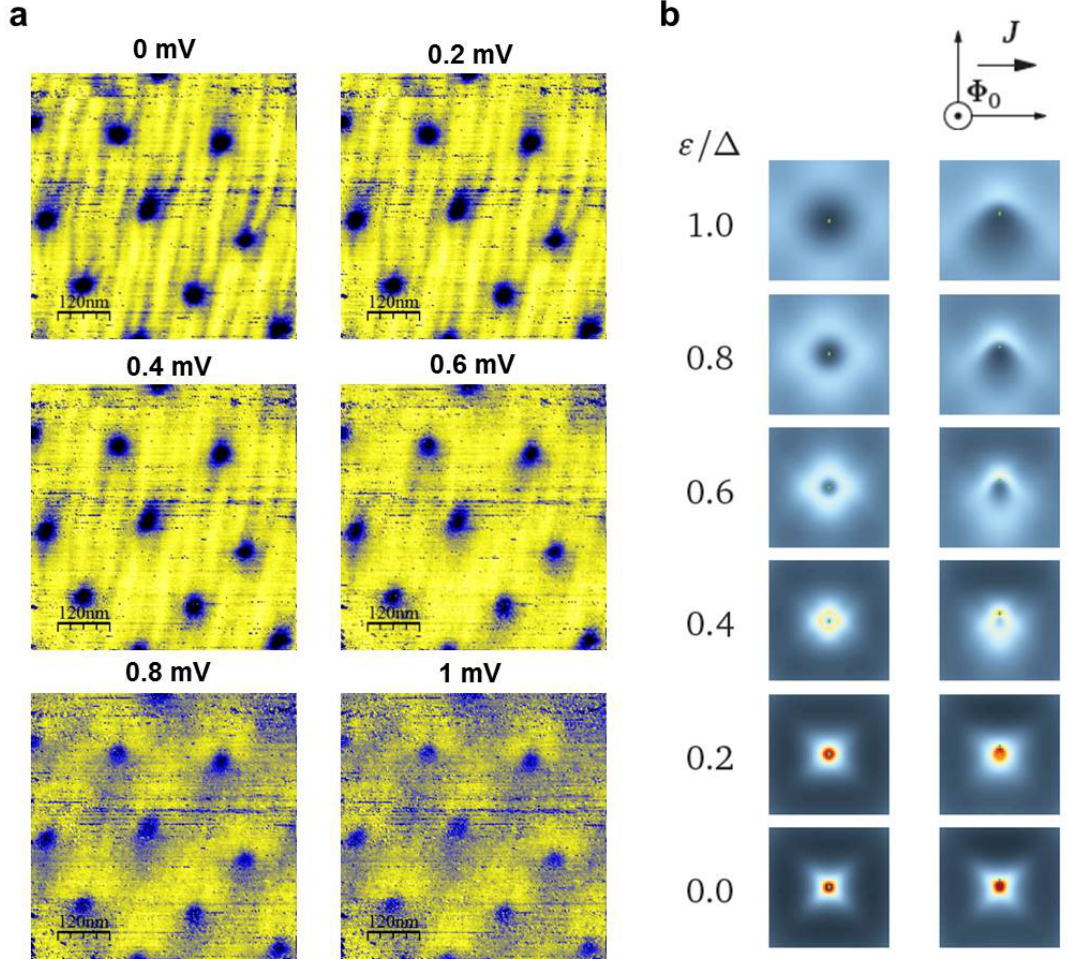


Figura 4.18: (a) Imagen de espectroscopía túnel para $\varphi = 30^\circ$ construida para diferentes voltajes, donde se observa un cambio en la densidad de estados alrededor de los vórtices al incrementar el voltaje. (b) Cálculos teóricos realizados por C. Berthod[179] en donde demuestra que para una corriente aplicada en la superficie (columna derecha) aparece un cambio en la densidad de estados alrededor de los vórtices para energías mayores a E_F .

alrededor del vórtice. Esto evidencia que para campos magnéticos inclinados aparece una corriente inducida significativa sobre la red de vórtices. Sobre este punto se regresará en detalle más adelante, para estudiar ahora la dinámica encontrada en la red de vórtices del NbSe₂ para campos inclinados.

4.5.3. Dinámica de la red de vórtices bajo campos inclinados

En esta sección, nos centraremos en las diferencias observadas en las propiedades dinámicas de la red cuando la componente en el plano del campo \mathbf{B} es rotada respecto a las direcciones de alta simetría. Dada la poca densidad de vórtices en la ventana de barrido

para $\varphi = 0^\circ$, no fue posible determinar el camino seguido por cada uno de los vórtices. Para ello, y para observar la forma en que la red de vórtices se movía, se incremento la densidad de vórtices en la superficie, aumentando el campo magnético aplicado de 0.6 T a 0.85 T y reduciendo el ángulo de inclinación θ de 87° a 70° . De esta forma se obtiene una densidad de vórtices suficiente para ver la estructura de la red, en una ventana espacial más pequeña, lo que además permite hacer imágenes de espectroscopía más rápidas. El procedimiento consistió en tomar imágenes rápidas (23 minutos) de espectroscopia túnel sobre la misma ventana de barrido de forma ininterrumpida. De esta forma se consigue hacer un seguimiento de la posición de cada vórtice en función del tiempo. La figura 4.19a muestra la primera imagen de la secuencia de espectroscopias. En esta imagen se resalta con círculos rojos siete vórtices que forman una red hexagonal distorsionada, a los cuales se les hace el seguimiento de cambio de posición con respecto a los ejes x y y de la imagen, como muestra la figura 4.19b. La figura 4.19c muestra la distancia ($\sqrt{x^2 + y^2}$) en función del tiempo para cada vórtice, de la cual, por medio de regresiones lineales sobre la curva de cada vórtice se encuentra una rapidez promedio de 0.55 nm/min. La red de vórtices se mueve como un todo, en la dirección que muestra la flecha verde sobre la imagen de espectroscopía.

Con el mismo ángulo de inclinación, se varió el ángulo azimutal de \vec{B} sobre la superficie. Al cabo de 30 minutos después de rotar \vec{B} en el plano, se tomaron imágenes ininterrumpidas de espectroscopía túnel en la misma ventana de barrido. Este proceso fue realizado para cuatro valores de φ (0° , 40° , 60° y 80°). Los resultados se resumen en la figura 4.20, donde se ve que la dirección de movimiento de la red de vórtices cambia al variar el ángulo φ . Los puntos rojos indican el camino seguido por uno de los vórtices, que en términos generales, describe el movimiento de la red, dado que ésta se mueve de forma uniforme. Haciendo el mismo análisis hecho para $\varphi=0^\circ$ (figura 4.19) para todos los vórtices en las imágenes de los ángulos 40° 60° y 80° se encuentran, como se ve en la figura 5.12a, velocidades de 0.67, 0.22 y 0.23 nm/min respectivamente. Esto muestra una clara anisotropía de la velocidad de la red con respecto a la dirección en la que se mueve. La dirección de movimiento de la red de vórtices también presenta diferencia respecto a la dirección del campo magnético. Aunque en términos generales la red de vórtices se mueve siguiendo la dirección del campo, esto solo se cumple de forma estricta para los ángulos azimutales de 40° y 80° , dado que la dirección de movimiento de la red de vórtices para ángulos de 0° y 60° se desvía respecto a la dirección del campo en el plano.

El mismo estudio mostrado en la figura 4.20 se realizó para un ángulo de inclinación respecto al eje c de $\theta = 120^\circ$. Para este ángulo mayor de 90° , la componente de campo en el eje z se invierte, de forma que la dirección de las supercorrientes de los vórtices también lo hace. Los resultados de este estudio se resumen en la figura 4.21, donde se ve que el sentido de movimiento de los vórtices se invierte respecto al observado para

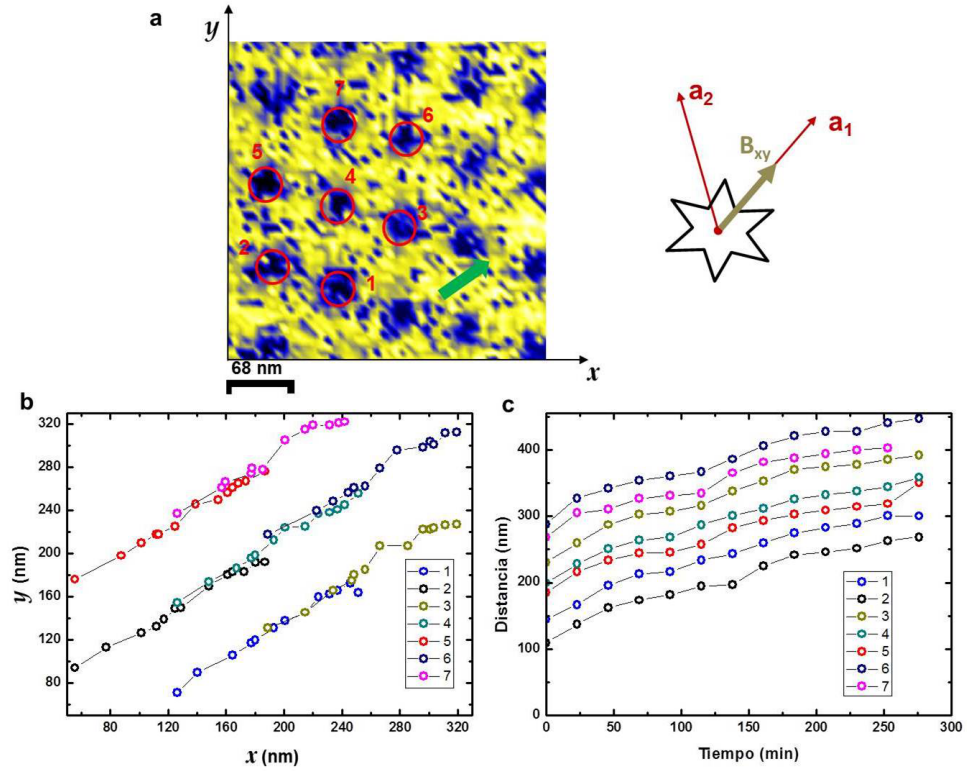


Figura 4.19: (a) Red de vórtices a 150 mK para un campo magnético de 0.85 T inclinado 70° respecto al eje c . La imagen fue tomada en 23 minutos e inmediatamente después de finalizar, se tomó otra en la misma ventana de barrido. La flecha verde indica la dirección de movimiento de la red. (b) Posición en el eje x vs posición en el eje y para los siete vórtices señalados en (a). (c) Distancia ($\sqrt{x^2 + y^2}$) vs tiempo para los mismos vórtices. La velocidad de la red se calcula a partir del promedio de las regresiones lineales de las curvas de distancia vs tiempo, para todos los vórtices de la imagen de espectroscopía.

ángulos de inclinación menores a 90° . Se realizaron medidas para tres ángulos azimutales (0° , 40° y 60°), encontrando que la red se mueve en la misma dirección de inclinación del campo, pero en sentido contrario a ésta. Este cambio de sentido en la velocidad de la red de vórtices, confirma la hipótesis realizada anteriormente de que, con campos inclinados, existe una corriente que influye en la dinámica de la red de vórtices y en la forma del núcleo cuando este está inclinado. Si la corriente inducida no cambia de dirección, pero si lo hace la componente de campo perpendicular a ésta, el sentido de la fuerza de Lorentz cambiaría 180° , moviendo a los vórtices en dirección opuesta.

En la figura 4.21 se muestra junto a las espectroscopías, la velocidad de la red en función del ángulo azimutal para los dos ángulos de inclinación estudiados. Se encuentra que en los dos casos la velocidad es máxima para un ángulo azimutal $\varphi = 40^\circ$. Los datos de velocidad en función del ángulo azimutal son insuficientes para entender la forma en la

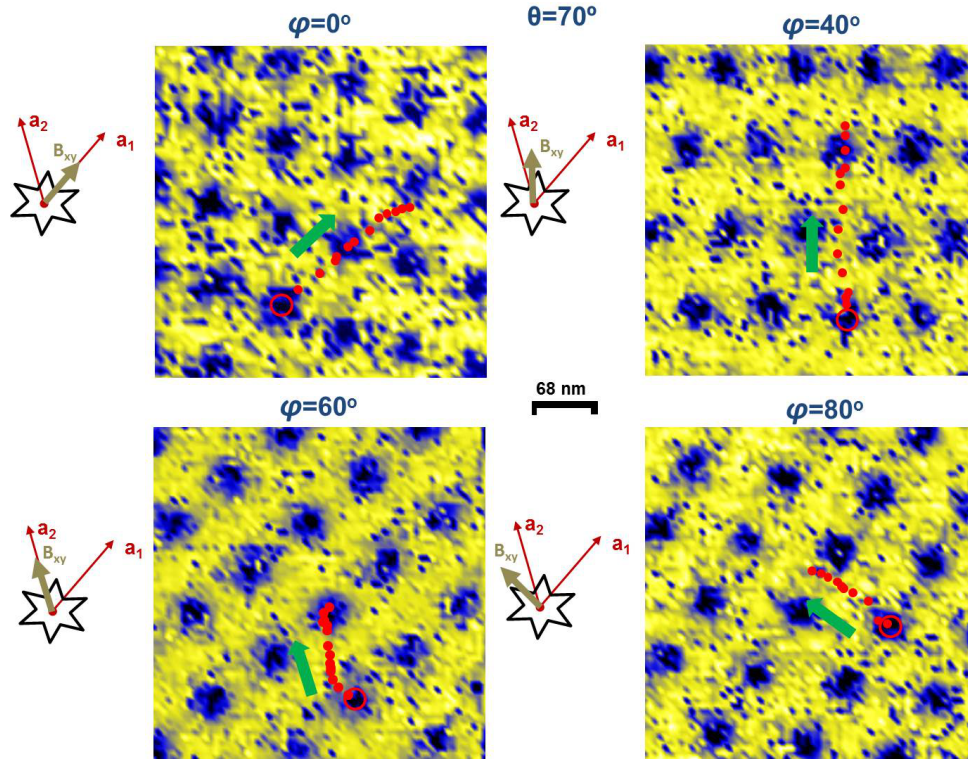


Figura 4.20: Imágenes de la red de vórtices a 150 mK para cuatro valores distintos de ángulo azimutal. En todos los casos se observa la red hexagonal con una distorsión que varía con el ángulo. La dirección del campo magnético en el plano se indica, en cada caso, por el vector \vec{B}_{xy} cuyo ángulo azimutal φ se mide respecto a la dirección del vector \mathbf{a}_1 de la red atómica en la superficie. Los puntos rojos muestran la posición del vórtice encerrado por el círculo rojo, para las espectroscopías posteriores. El tiempo entre imágenes del mismo ángulo φ es de 23 minutos.

que la red se mueve respecto a los vectores de alta simetría de la red. Sin embargo, la curva de la figura 4.21 sugiere que la red de vórtices se mueve más fácilmente en las direcciones de los rayos de las estrellas.

La figura 5.12, muestra la dependencia con la temperatura de la velocidad de la red para el ángulo de inclinación $\theta = 70^\circ$ y ángulo azimutal $\varphi = 40^\circ$. Al subir la temperatura (puntos azules) la velocidad de la red decrece, hasta que, a una temperatura de 1.6 K no se mueve más. Al bajar la temperatura (puntos rojos) por debajo de 1.6 K se recupera el movimiento de la red en la misma dirección que se movían inicialmente, aumentando su velocidad al disminuir la temperatura. Para cada temperatura, el número de imágenes tomadas de forma consecutiva fue diferente, de forma tal que, puntos con barras de error grandes corresponden a menor número de imágenes en la misma ventana de barrido. Este resultado descarta la posibilidad de que la red de vórtices se esté moviendo por un creep colectivo de activación térmica, descrito en la teoría de flux-creep de P. W. Anderson y Y. B. Kim[28, 29, 30]. Dentro de esta teoría, la red de vórtices salta entre diferentes puntos de

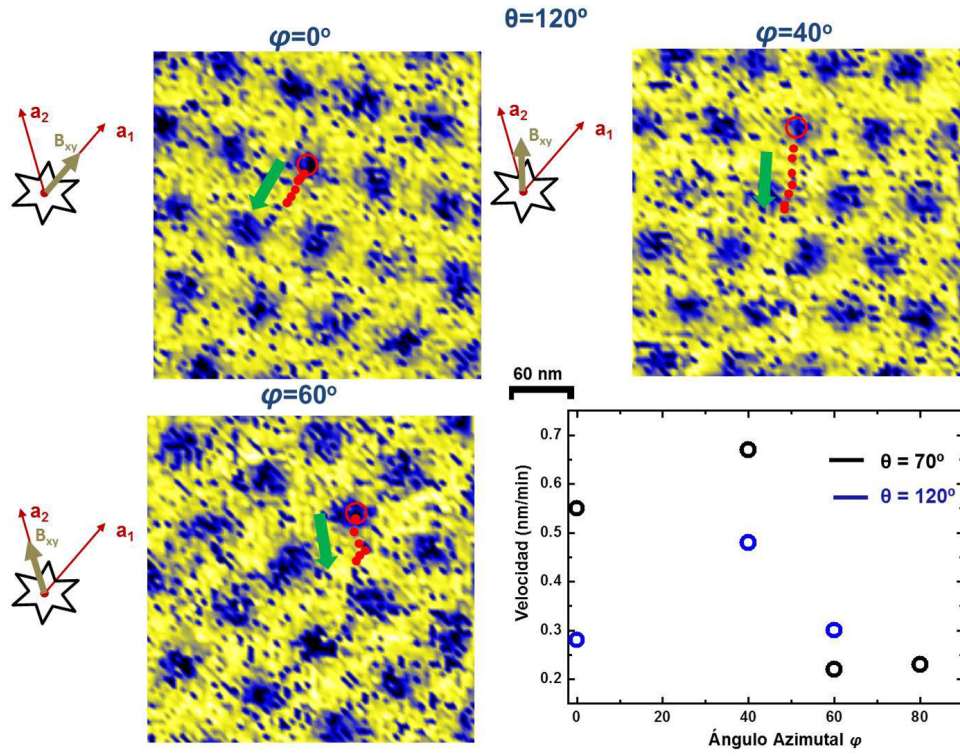


Figura 4.21: Velocidad de la red de vórtices vs campo azimutal φ para un ángulo de inclinación de $\theta = 120^\circ$, donde la dirección del flujo magnético en los vórtices se invierte respecto a la dirección de la anterior figura.

anclaje, asistidos por activación térmica con una tasa de salto dada por $R = \omega_0 e^{-F_0/k_B T}$, donde ω_0 es la frecuencia característica de vibración de la red y F_0 la energía libre de activación. Un aumento de la temperatura genera un aumento rápido de la tasa de saltos, hasta alcanzar un valor máximo de saturación en la que la red se movería a velocidad constante.

En resumen, al inclinar \vec{B} en una de las direcciones de alta simetría, para ángulos de inclinación θ grandes, aparece una corriente que induce una fuerza de Lorentz sobre la red de vórtices, generando un movimiento en la dirección de inclinación del campo magnético. Las características del movimiento de la red varían según el ángulo azimutal φ , mostrando una anisotropía en la velocidad de los vórtices respecto a las direcciones de los vectores de alta simetría de la red cristalina (\mathbf{a}_k). La velocidad de la red parece tener un máximo en las direcciones de extensión de los estados localizados (dirección de los rayos de las estrellas) que es la dirección donde la distribución del gap alrededor del vórtice presenta un mínimo. Al subir la temperatura por encima de 1.6 K la red de vórtices se detiene, recuperando su movimiento al bajar la temperaturas, descartando una dinámica de la red por asistencia térmica.

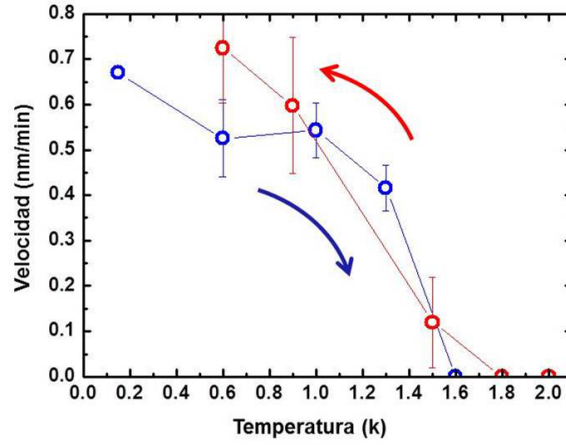


Figura 4.22: Dependencia con la temperatura de la velocidad de la red de vórtices para $\theta=70^\circ$ y $\varphi = 40^\circ$. Los puntos azules y rojos corresponden a medidas bajando y subiendo la temperatura respectivamente.

Discusión de los resultados de dinámica de vórtices bajo campos inclinados

Como se explicó en la introducción de la tesis, para que aparezca un flujo de vórtices es necesaria la presencia de una fuerza que genere el movimiento. Recordemos que una corriente \vec{J} genera una fuerza de Lorentz sobre la red de vórtices, dada por $\vec{F}_L = \vec{J} \times \vec{B}$. Esta fuerza tiende a mover la red de vórtices en dirección normal al plano generado por los vectores \vec{J} y \vec{B} . Este movimiento de la red, según la ley de Faraday, genera un campo eléctrico inducido $\vec{E} = v\vec{B}$, paralelo al vector de corriente \vec{J} , donde v es la velocidad de los vórtices. En el caso de las velocidades de la red que encontramos aquí, estimamos campos eléctricos inducidos entre 9.5 pV/m y 3.1 pV/m para la mayor y menor velocidad respectivamente. Esto implica que en el caso de una muestra grande (1 cm) se obtendrían voltajes macroscópicos de 0.1 pV, lo que implica que este movimiento de la red de vórtices es prácticamente imposible de detectar en medidas de resistividad o voltaje Hall.

En nuestro caso, este movimiento de la red de vórtices es inusual, teniendo en cuenta que no hay corriente externa aplicada. Sin embargo, las reducción del pico a voltaje cero en el centro del vórtice y el cambio de la distribución de densidad de estados alrededor del vórtice a energías mayores a E_F , son evidencias de la presencia de una corriente que genera la fuerza de Lorentz que mueve los vórtices.

Para explicar este fenómeno, recordemos algunos aspectos sencillos de los superconductores vistos en la introducción de la tesis. Al inclinar el campo magnético respecto al eje c , aparecen dos fenómenos en la superficie del superconductor. El primero de ellos es la aparición de corrientes de apantallamiento sobre la superficie. Como describe la figura 4.23, a medida que el campo magnético se inclina, la componente paralela a la superficie penetra el superconductor una profundidad igual a la longitud de penetración λ . El campo

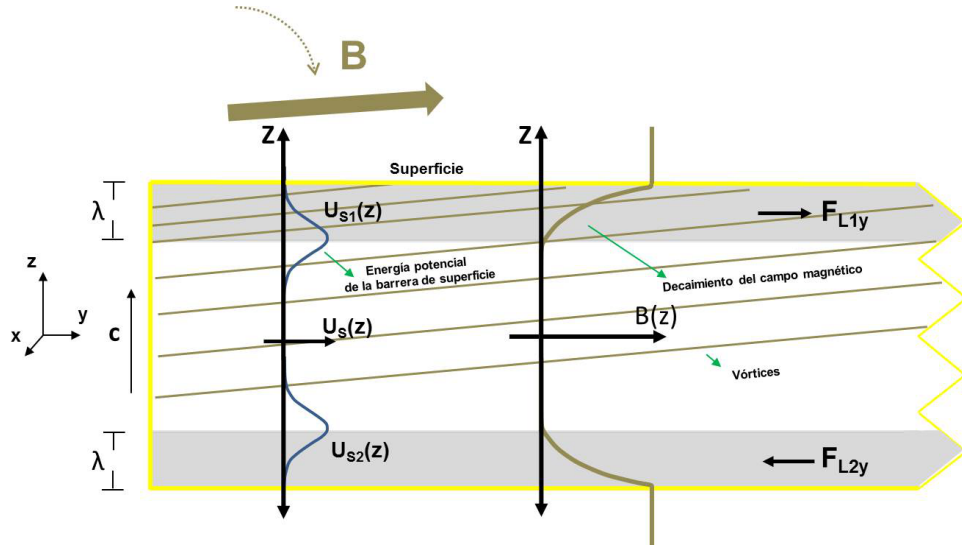


Figura 4.23: Esquema de la penetración de los vórtices para campos magnéticos inclinado. Los vórtices (líneas marrón) al ir siendo inclinados tendrán que penetrar una mayor porción de superficie, por lo que la barrera de potencial (curvas azules U_{s1} y U_{s2}) influirá cada vez más sobre los vórtices. Los vórtices son aglutinados en la zona gris, donde sienten la fuerza \vec{F}_{L1y} , que es la componente en el plano xy de la fuerza de Lorentz.

magnético en esta longitud sufre un gradiente en la dirección de penetración $\partial B/\partial z$. Este gradiente de campo genera una corrientes de apantallamiento $\vec{J} = \nabla \times \vec{B}$ en la dirección $-\hat{x}$ en la superficie superior y en \hat{x} en la superficie inferior. Estas corrientes aparecen en las zonas grises de la figura 4.23, donde el campo decae. Cuando un vórtice penetra el material, estas corrientes de apantallamiento generan fuerzas de Lorentz ($\vec{F}_{L1} = -\vec{F}_{L2}$) en la superficie superior e inferior del superconductor, la cual tiene componentes \vec{F}_{L1y} y \vec{F}_{L2y} en la dirección del plano ab. Un vórtice que se extiende desde la superficie inferior hasta la superior, siente fuerzas sobre sus extremos (zonas grises de la figura) con igual magnitud pero diferente dirección, produciendo una fuerza neta igual a cero, manteniendo el estado de equilibrio de la red. Además, para campos magnéticos elevados, la distancia entre vórtices no es muy superior a la longitud de penetración. El campo magnético penetra prácticamente todo el superconductor, por lo que las corrientes de apantallamiento son muy débiles.

Ahora tengamos en cuenta un segundo fenómeno que también ocurre en las superficies del superconductor, llamado barrera de superficie, teóricamente descrito por C. P. Bean y J. D. Livingston[181] en 1964. Como vimos en la introducción, en la superficie de los superconductores de tipo II en el estado de vórtices se genera una barrera de potencial que se opone al ingreso del flujo magnético. Este potencial repulsivo U_s , actúa dentro de un rango espacial del orden de la longitud de penetración, como muestra la figura

4.23. Esta barrera de potencial se genera en las superficies (U_{S1} y U_{S2}) oponiéndose a la entrada de los vórtices, de forma que todo vórtice que intenta entrar debe vencer este potencial. Cuando se inclina el campo magnético, como indica la flecha curvada en la figura, los vórtices empiezan a entrar por la esquina del superconductor, sufriendo una relentización en la zona gris de la figura 4.23, donde actúa el potencial U_{S1} . De esta forma se produce una acumulación de vórtices en esta zona, ya que los vórtices tienen que vencer el potencial repulsivo que se extiende sobre todo el volumen gris. Mientras mayor sea la inclinación del campo, mayor será la zona con influencia del potencial repulsivo que los vórtices deben cruzar. Adicional a esto, como muestra la figura, vórtices que superan la barrera U_{S1} se encontrarán con la barrera U_{S2} , que se opone a que entren dentro de la zona gris de la superficie inferior. De esta forma, los vórtices que están entrando al superconductor sienten una fuerza de Lorentz \vec{F}_{L1} con componente en la dirección \hat{y} , pero sin ser afectados por la fuerza de Lorentz \vec{F}_{L2} , la cual debería equilibrar las fuerzas sobre el vórtice. La fuerza neta sobre la red de vórtices sería diferente a cero, generando que la red de vórtices se mueva en la dirección \hat{y} .

Si la inclinación se hace con un ángulo mayor a 90° , como en el caso de la figura 4.21, los vórtices entrarían por la otra esquina, con supercorrientes en la dirección opuesta al caso anterior. La interacción de estos vórtices con la corriente \vec{J} daría origen a una fuerza de Lorentz con componente en la dirección $-\hat{y}$, dando como resultado el cambio de sentido en el movimiento de la red observado para $\theta = 120^\circ$. La longitud de penetración $\lambda_{||}$ en el eje del NbSe₂ es del orden de $0.6 \mu\text{m}$, mientras que el espesor de las muestras usadas fue del orden de $10 \mu\text{m}$. De forma que el volumen de las zonas donde actúa la barrera de superficie y la fuerza de Lorentz neta (zonas grises de la figura 4.23) no es despreciable, del orden del 10 % del volumen total de la muestra. Esto se suma al bajo valor de corriente crítica del NbSe₂ ($J_c \approx 30 \text{ A/cm}^2$) que hace que los vórtices estén poco anclados al material. Además, al inclinar el campo magnético, el área de la superficie aumenta notablemente, incrementando la influencia de la barrera de superficie, y por lo tanto la aparición de una red de vórtices fuera de equilibrio. La historia del campo magnético. n presencia de esta fuerza de Lorentz, la red de vórtices estaría moviéndose bajo un régimen de “flux flow”. En este escenario, según el modelo de Bardeen-Stephen[182], como vimos en la introducción, los vórtices bajo la influencia de una fuerza de Lorentz, se mueven en un medio viscoso de coeficiente η , con una fuerza viscosa por unidad de longitud $-\eta\vec{v}$.

Adicionalmente, las figuras 4.20 y 4.21 muestran que la red de vórtices parece moverse de forma más fácil y rápida en las direcciones donde se extienden los estados localizados, es decir, la dirección de los rayos de las estrellas. Esto indicaría que estas direcciones, donde la distribución del gap alrededor del vórtice tiene un mínimo, con un aumento de estados a la energía de Fermi, corresponde con las direcciones en las que los núcleos de los vórtices encuentran menos resistencia al movimiento. Esto evidencia que la dinámica de la

red de vórtices en NbSe₂ tiene una fuerte influencia de la anisotropía de sus propiedades superconductoras en la superficie.

El análisis de los resultados obtenidos en función de la temperatura mostrados en la figura 5.12, requieren de un mayor estudio de la influencia de la energía térmica sobre la forma en que el medio viscoso afecta el movimiento de la red de vórtices. Podemos especular que la reducción de la velocidad de vórtices con el aumento de la temperatura, está relacionada con los estados localizados presentes en el núcleo de los vórtices. En el caso del NbSe₂, el núcleo de los vórtices no es normal, con cuasipartículas localizadas a diferentes niveles de energía. El movimiento del vórtice a través del medio viscoso implica procesos de dispersión entre las cuasipartículas y el medio. El aumento de la temperatura podría activar procesos de dispersión con cuasipartículas localizadas a diferentes niveles de energía, que antes no eran afectadas, aumentando la viscosidad del medio y reduciendo la velocidad de la red de vórtices.

4.5.4. Conclusiones

Demostramos que los estados localizados que forman la estrella del vórtice se extiende en la superficie para campos magnéticos inclinados. Esto produce líneas en las imágenes de espectroscopía, con un patrón que depende del ángulo azimutal. Encontramos que las extensiones de los estados localizados entre diferentes vórtices hibridizan y forman un patrón característico. El patrón depende sensiblemente de la orientación del campo magnético en el plano con respecto a la red cristalina, que es reflejo de la anisotropía del gap en la superficie. Finalmente, observamos que los vórtices se mueven cuando el campo está inclinado. El origen del movimiento es la presencia de gradientes de campo que generan corrientes de apantallamiento y a su vez una fuerza de Lorentz, que actúa sobre los vórtices. La dinámica de la red de vórtices depende sensiblemente de la anisotropía del gap superconductor en la superficie, demostrando por primera vez que los estados localizados influyen notablemente en el movimiento de los vórtices.

Densidad de estados y superconductividad en LaSb_2

5.1. Introducción

El estudio de la superconductividad en sistemas de dimensionalidad reducida, como se ha visto a lo largo de esta tesis, ha sido uno de los tópicos más relevantes de la materia condensada experimental. La investigación de las propiedades superconductoras en estos tipos de superconductores, como se mostró en el capítulo 3 y 4, ha revelado nuevos fenómenos derivados del confinamiento dimensional. La familia de los dicalcogenuros hace parte del conjunto de superconductores crecidos en capas, foco de investigaciones teóricas y experimentales, cuyos resultados han construido las bases de una nueva física con infinitas posibilidades en aplicaciones tecnológicas. Dentro de este conjunto de superconductores laminares, se encuentran muchos de los que aún se conoce muy poco de sus propiedades en la fase superconductora. Entre estos encontramos un superconductor que pertenece a los antimonuros de tierras raras, el LaSb_2 . En este capítulo se presenta el primer estudio de topografía y espectroscopía túnel en el estado superconductor del LaSb_2 .

5.2. Crecimiento de cristales de LaSb_2

Los cristales de LaSb_2 usados en esta investigación fueron crecidos en el Laboratorio de Bajas Temperaturas en un nuevo sistema de crecimiento de muestras. Para la construcción del sistema de crecimiento y fabricación de las primeras muestras, se contó con la ayuda del profesor Paul C. Canfield del laboratorio nacional de Ames, Estados Unidos, experto en el área y ganador de los premios Ernest Orlando Lawrence en 2011 y David Adler de la Sociedad Americana de Física en 2014 por sus trabajos en sinterización y caracterización

de materiales. Paul Canfield visitó el LBT en el año 2012 durante dos meses, tiempo en el cual se montó el sistema de crecimiento y se crecieron, entre otros, cristales de LaSb_2 . En esta sección se muestra cada uno de los pasos del crecimiento de LaSb_2 , así como una descripción del sistema experimental de crecimiento de cristales.

Los cristales de LaSb_2 fueron crecidos por la técnica de crecimiento por exceso de flujo de Sb. La primera etapa de crecimiento consiste en determinar la cantidad exacta de La y Sb que se debe usar para obtener cristales de LaSb_2 . Para esto, nos basamos en el diagrama binario de La-Sb mostrado en la figura 5.1, que proporciona los porcentajes de cada elemento y las temperaturas requeridas. Las líneas rojas punteadas de la figura 5.1 muestran la curva de enfriamiento. Esta línea representa la dependencia con la temperatura de la composición en la fase líquida del compuesto, cuando el crecimiento se enfría. Entre las temperaturas T_1 y T_2 la estequiometría del líquido no cambia. Una vez se alcanza una temperatura $T < T_2$, empiezan a formarse cristales de LaSb_2 y la concentración de Sb en la solución restante aumentar. El enfriamiento debe detenerse en alguna temperatura T_3 mayor a la temperatura de solidificación, de forma que el exceso de solución restante se pueda separar de los cristales por decantación.

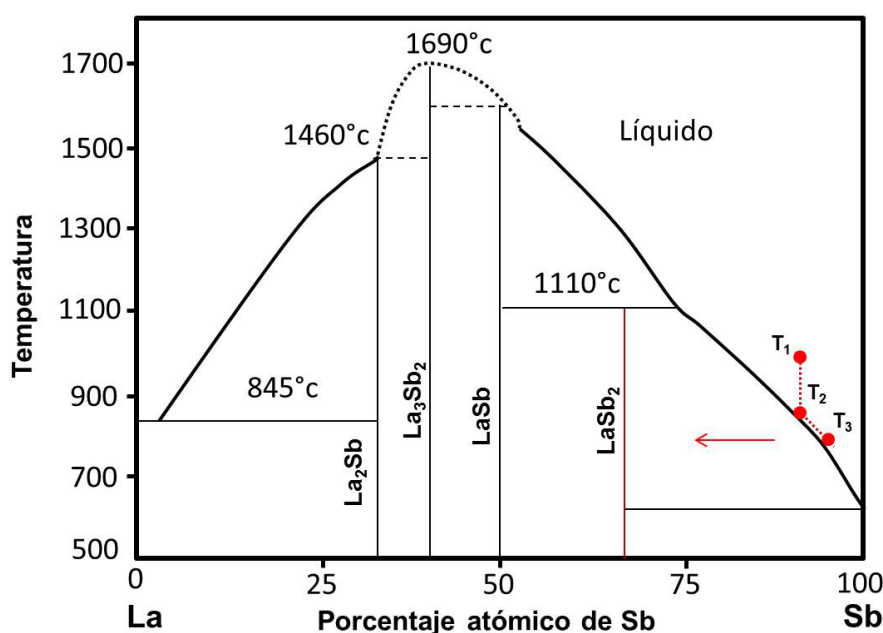


Figura 5.1: Diagrama esquemático de fases de sinterización de La-Sb .

Un enfriamiento rápido entre T_2 y T_3 puede ocasionar nucleaciones múltiples y crecimiento dendrítico, lo cual genera cristales pequeños y con superficies muy irregulares[120]. Un ciclo óptimo de cocido consiste en subir la temperatura hasta T_1 , luego mantener el compuesto a esta temperatura un par de horas, garantizando que los elementos se fundan de forma homogénea. Luego bajar la temperatura hasta $T_2 + 50^\circ\text{C}$ lentamente, en este

punto, la tasa de enfriamiento se hace mucho más lenta, bajando desde $T_2 + 50^\circ\text{C}$ hasta T_3 en un tiempo de entre 60 a 100 horas (2.5 a 3 $^\circ\text{C}/\text{hora}$). A la temperatura T_3 el crecimiento se saca del horno y se decanta en una centrifugadora especialmente diseñada para esto. Cuanto más lenta sea la etapa de nucleación, mayor será la probabilidad de obtener cristales grandes. En las siguientes secciones se explicará, paso a paso, cada uno de los procedimientos llevados a cabo en el crecimiento de cristales por la técnica de solución de flujo, usando como ejemplo el crecimiento de LaSb_2 [115, 116, 117].

5.2.1. Ensamblaje para el crecimiento de LaSb_2

Una vez se tienen determinados los porcentajes adecuados de cada elemento, se procede a ensamblar el crecimiento. En la figura 5.2a se muestran los crisoles de alúmina que contendrán los elementos del crecimiento, junto al tubo de cuarzo en el cual se sellarán en vacío los crisoles, formando el entorno de crecimiento de los cristales. Los elementos (en este caso, La y Sb) deben ser introducidos dentro del crisol, de forma que, el elemento que se funde a mayor temperatura, esté rodeado del elemento con temperatura de fusión menor (ver figura 5.2c). Cuando el crecimiento incluye un elemento de tierra rara, como el La, los porcentajes deben escogerse de forma que la tierra rara no supere el 10 % del compuesto total. Esto debido a que concentraciones grandes de tierra rara pueden ocasionar, al aumentar la temperatura, una reacción térmica oxidante entre el elemento y el crisol de alúmina, conocido como efecto termita[114]. Para este caso, los porcentajes escogidos fueron de 95 % de Sb y 5 % de La.

El crisol superior, que se pone sobre el crisol que contiene el crecimiento, está lleno de lana de cuarzo. El propósito de la lana de cuarzo es servir como filtro entre el exceso de flujo de Sb y los cristales, separándolos al ser decantados, antes de que el flujo se solidifique. Como muestra la figura 5.3a, una vez los dos crisoles están dentro del tubo de cuarzo, se hace un cuello fino con el uso de una llama generada por un soplete de hidrógeno-oxígeno ($\text{H}_2\text{-O}_2$), formando una ampolla que contiene el crecimiento. El propósito de los tapones de lana de cuarzo sobre y debajo de los crisoles es el amortiguamiento, para así evitar que estos se golpeen contra las paredes de la ampolla durante el proceso de decantación. Es muy importante que el cuello en el tubo de cuarzo no este cerrado, es decir, que tenga un capilar conector entre la ampolla y la parte superior del tubo. Este capilar permitirá hacer vacío sobre la ampolla, conectando el extremo superior del tubo a una bomba rotatoria. Se hace vacío sobre la cámara interior de la ampolla y se llena de nuevo con un gas inerte (usualmente He), repitiendo esta operación tres o más veces, hasta que la ampolla este libre de aire. Una vez obtenida una atmósfera limpia dentro de la ampolla se usa el soplete de $\text{H}_2\text{-O}_2$ para sellarla. Una vez se tiene la ampolla sellada en una atmósfera limpia se pone sobre un crisol de alúmina, de forma que el crecimiento se mantenga en posición vertical. En este punto, el crecimiento se lleva al horno, como muestra la figura 5.3b, para

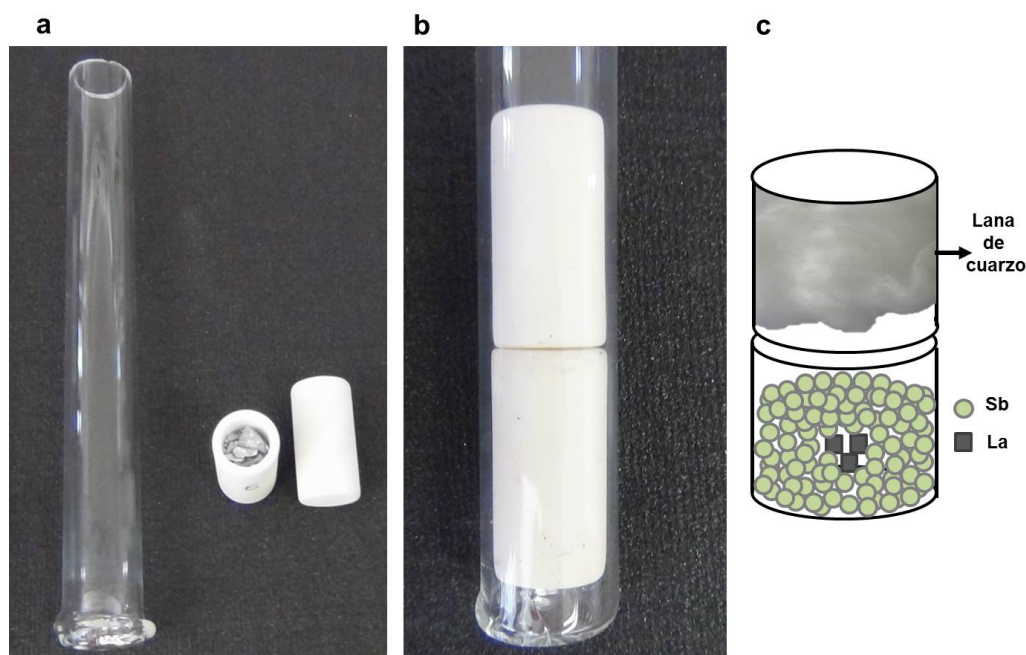


Figura 5.2: (a) Tubo de cuarzo sellado y aplanado en uno de sus extremos y dos crisoles de alúmina, uno con los elementos del crecimiento y el otro lleno de cuarzo. (b) Los crisoles se introducen dentro del tubo como muestra el esquema en (c), de tal forma que el crisol con la lana de cuarzo se ubique boca abajo sobre el crisol que contiene el crecimiento.

realizar el ciclo térmico de crecimiento.

Los tiempos y temperaturas usadas en el crecimiento del LaSb_2 , controladas por el horno programable, fueron:

$$\text{Temperatura ambiente} \xrightarrow{3h} 950^\circ\text{C} \xrightarrow{3h} 950^\circ\text{C} \xrightarrow{60h} 670^\circ\text{C} \Rightarrow \text{Decantación}$$

5.2.2. Decantación del crecimiento y resultado final

Luego de que el ciclo térmico está completo, se procede a la decantación entre el cristal que se formó y el exceso de flujo. Este es uno de los pasos en el que se debe ser más cuidadoso para la obtención de un buen cristal. La decantación consiste en sacar la ampolla del horno, en este caso a 670°C , e introducirla, tan rápido como sea posible, en una centrífuga especialmente diseñada para este propósito. Al introducir la ampolla en el recipiente de la centrífuga se debe tener en cuenta que repose dentro, de forma que esté en el sentido contrario a como estaba dentro del horno, permitiendo que el flujo caiga a través de la lana de cuarzo. Una vez encendida la centrífuga, que gira a más de 1000 revoluciones por minuto, el flujo, siempre y cuando aún siga siendo líquido, será separado del cristal. Si este proceso se realiza lo suficientemente rápido, la temperatura de la ampolla habrá bajado no más de unos 20°C en el momento en que empiece a ser centrifugada. Un

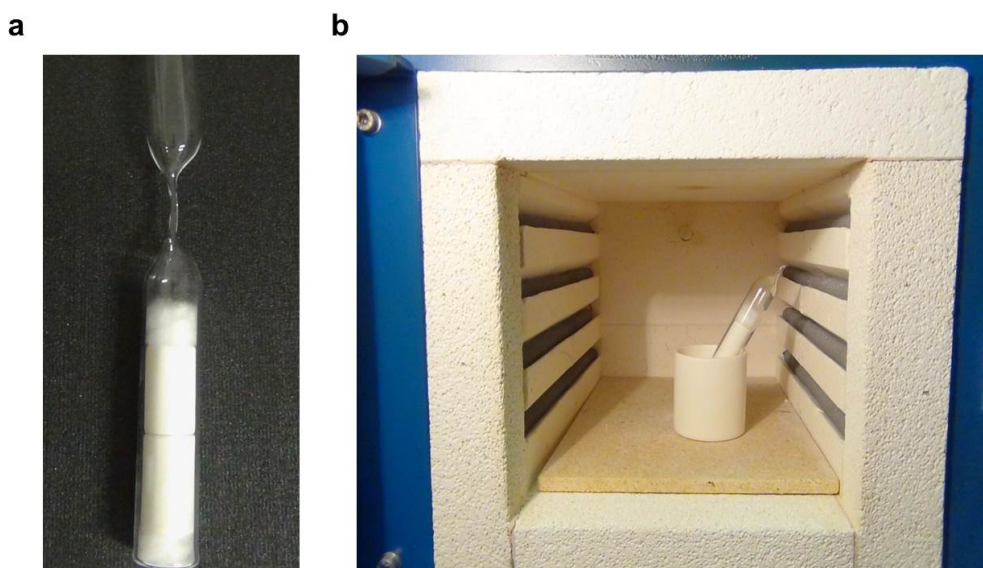


Figura 5.3: (a) Tubo de cuarzo con el crecimiento después de hacer el cuello con la llama generada por el soplete. (b) Después de sellar el crecimiento, la ampolla se introduce en el horno, de forma que se mantenga vertical durante el ciclo térmico.

proceso rápido garantiza que el exceso de flujo permanezca líquido durante la decantación, permitiendo que la lana de cuarzo dentro del segundo crisol actué como filtro, manteniendo el cristal y el flujo separados, hasta que este último se solidifique.

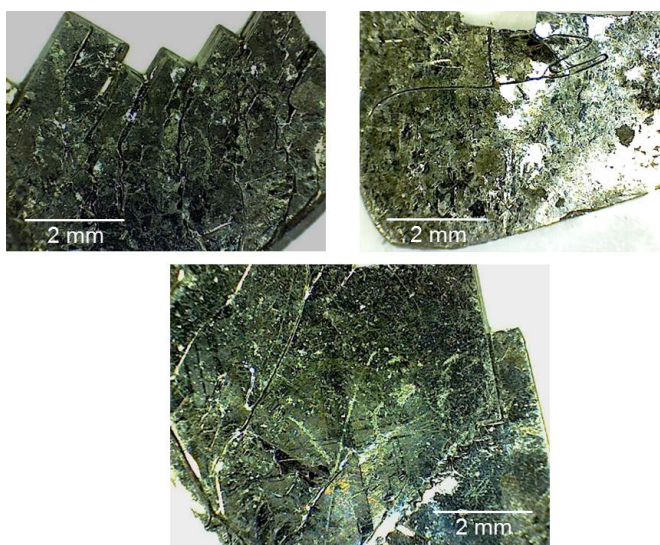


Figura 5.4: Muestras de LaSb_2 crecidas en el Laboratorio de Bajas Temperaturas.

El proceso de decantación requiere de algunas normas de seguridad, como el uso de guantes térmicos, pinzas térmicas y careta para proteger el rostro. Una vez la ampolla

se ha sacado de la centrifuga y se ha enfriado hasta llegar a la temperatura ambiente, es posible abrir el crecimiento y revisar nuestro cristal. Este proceso debe ser también cuidadoso, ya que implica romper la ampolla, la cual contiene lana de vidrio que es altamente volátil y no debe ser inhalada. Por esta razón el crecimiento debe ser abierto, preferiblemente, en una campana de extracción.



Figura 5.5: (a) Sistema de crecimiento de muestras. La campana extractora (A) fue construida en aluminio, conectada a un tubo plástico flexible (B) que se conecta a un motor extractor ubicado fuera del laboratorio. El soplete de $\text{H}_2\text{-O}_2$ (C) se ubica dentro de la campana y está conectado a las mangueras que le suministran el hidrógeno (manguera roja) y el oxígeno (manguera verde), cuyos tanques están fuera del laboratorio. Un sistema de mangueras de cobre (D) permite purgar y hacer vacío a la ampolla antes de sellarla. (b) Los hornos alcanzan una temperatura máxima de 1200°C y son programables en segmentos de hasta 7 pasos. (c) La centrifuga fue modificada, a partir del motor de una comercial, agregándole botes y coraza de aluminio que resisten altas temperaturas y aíslan la ampolla del exterior.

La figura 5.4 muestra el resultado final, donde se obtuvieron cristales de LaSb_2 de hasta $1 \times 1 \text{ cm}^2$, crecidos en capas planas y uniformes. En la figura 5.5 se pueden ver una serie de fotografías del sistema de crecimiento de cristales construido en el Laboratorio de Bajas Temperaturas. El moldeado del tubo de cuarzo con la llama generada por el soplete

requiere de una campana de extracción de gases (figura 5.5a). La campana de extracción tiene una pantalla que protege el rostro de quien manipula el soplete. Adicionalmente, se deben usar gafas de protección ocular durante el proceso de moldeo del tubo de cuarzo. La campana de extracción cuenta con un sistema de tuberías de cobre que proporcionan el sistema de bombeo y purgado a la ampolla. Los hornos (figura 5.5b) son programables con una temperatura máxima de calentamiento de 1200°C y una tasa de calentamiento máxima de $20^\circ\text{C}/\text{min}$. La centrifuga (figura 5.5c) fue instalada dentro de una coraza de aluminio, de forma que, en caso de algún imprevisto, los restos de ampolla a alta temperatura se mantengan dentro.

5.3. Estructura cristalina del LaSb_2

En 1954 R. Vogel y K. Klose[121] sintetizaron por primera vez LaSb_2 . Este compuesto pertenece a la familia de los antimonuros de tierras raras en capas RSb_2 ($R=\text{La-Ns, Sm}$) los cuales cristalizan en la estructura ortorrómbica tipo SmSb_2 [112, 113, 132]. Ésta se caracteriza por ser altamente anisótropa, con cuatro bicapas de átomos de La/Sb y dos hojas bidimensionales de átomos de Sb por celda unidad, como muestra la figura 5.6. Los átomos de La en las bicapas forman triángulos con coordinación anti-prismática entre capas, separadas por la hoja de átomos de Sb. Los parámetros de red del LaSb_2 son $a = 6.32 \text{ \AA}$, $b = 6.17 \text{ \AA}$ y $c = 18,57 \text{ \AA}$, con el grupo espacial ortorrómbico Cmca [119].

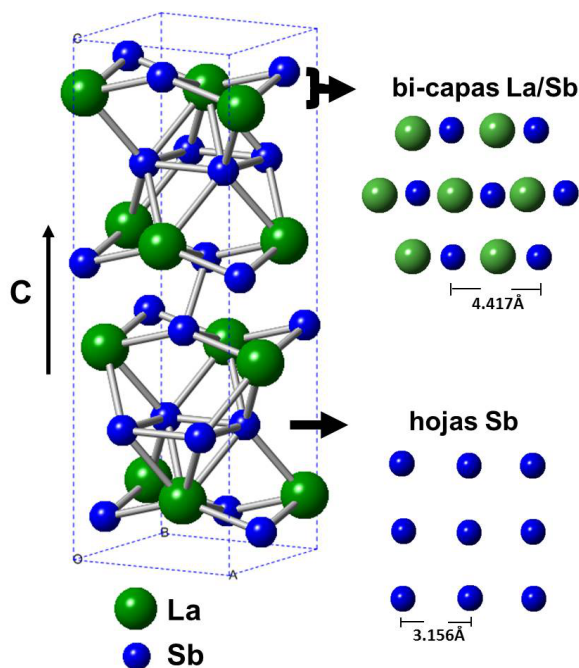


Figura 5.6: Estructura cristalina del LaSb_2

Este compuesto, sintetizado hace más de 60 años, ha sido bien estudiado en el estado normal, pero tiene muy pocos estudios en el estado superconductor. En la siguiente sección se mostrarán las propiedades de transporte y de magnetización de este compuesto, las cuales han sido estudiadas por diferentes grupos con diferentes técnicas experimentales.

5.4. Propiedades electrónicas del LaSb_2

Uno de los estudios más completos de las propiedades electrónicas de este compuesto fue hecha en 1998 por P. C. Canfield y sus colaboradores[122]. En esta investigación se midió susceptibilidad magnética y resistividad en un amplio rango de temperaturas y campos magnéticos, en los compuestos de la familia de los antimonuros de tierras raras. Esta familia, que incluye CeSb_2 , PrSb_2 , NdSb_2 , SmSb_2 y LaSb_2 , muestran interesantes y diversas propiedades físicas. En el caso particular del LaSb_2 , como muestra la figura 5.7a, se encuentra una resistividad con una dependencia con la temperatura mucho más fuerte para una corriente aplicada paralela al eje c que para una corriente en el plano ab .

La resistividad en el plano muestra un comportamiento metálico y lineal hasta $T \approx 50$ K. El bajo valor de la resistencia residual muestra la alta calidad de las muestras, cuyo procedimiento y parámetros de crecimiento, fueron los mismos de los usados en las muestras mostradas en la figura 5.4, crecidas para el desarrollo de esta investigación. La figura 5.7b muestra la susceptibilidad magnética, la cual tiene una dependencia débil con la temperatura y un comportamiento diamagnético. La susceptibilidad presenta una clara anisotropía con respecto a la dirección del campo magnético, la cual se hace mayor para temperaturas por debajo de 20 K. La magnetización a baja temperatura (mostrada como imagen insertada) es prácticamente lineal, sin anomalías a campos magnéticos altos.

La magnetorresistencia en el plano ab de LaSb_2 es positiva, lineal respecto al campo magnético (figura 5.7c) y altamente anisótropa a bajas temperaturas. Por debajo de 100 K aparece una fuerte anisotropía de su valor con respecto a la dirección del campo magnético aplicado, la cual crece a medida que se baja la temperatura. Mientras que la magnetorresistencia en el eje c (figura 5.7d), es mucho menos anisótropa respecto a la dirección del campo magnético aplicado, pero al igual que en el plano ab , es lineal respecto al campo magnético, sin mostrar saturación para campos de hasta 45 T. Estas características de la magnetorresistencia en el LaSb_2 han hecho que este compuesto sea propuesto como un buen candidato en la fabricación de sensores de altos campos magnéticos[123].

La dependencia lineal sin saturación de la magnetorresistencia respecto al campo magnético es inusual, ya que clásicamente, la magnetorresistencia variaría cuadráticamente o se satura a campos altos[124]. Una magnetorresistencia lineal, sin saturación se reporta en muy pocos compuestos, y aún no tiene una explicación teórica completamente aceptada.

Los dicalcogenuros TaSe_2 , TaS_2 y NbSe_2 , estudiados en los anteriores capítulos, exhiben

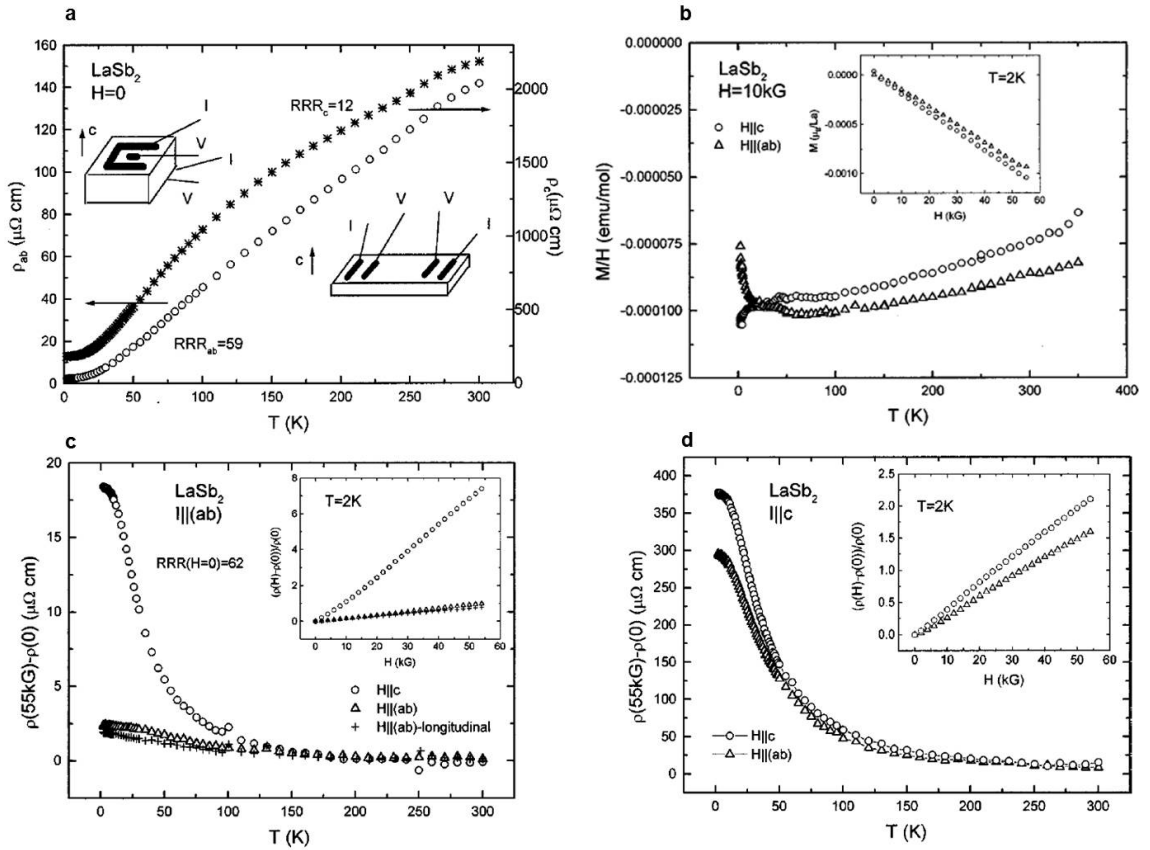


Figura 5.7: (a) Resistividad perpendicular (cruces dobles) y paralela (círculos abiertos) al plano ab vs temperatura a campo cero del LaSb_2 . Las figuras insertadas muestran la configuración de los contactos según el tipo de medida. (b) Susceptibilidad magnética vs temperatura para campos paralelos y perpendiculares al plano. La imagen insertada muestra la magnetización isotérmica tomada a 2 K. (c) Magnetoresistencia en el plano ($I||ab$) vs temperatura para campos aplicados perpendiculares y paralelos al plano. La imagen insertada muestra la magnetoresistencia en el plano a 2 K. (d) Magnetoresistencia en el eje ($I \perp ab$) para campos paralelos y perpendiculares al plano. La imagen insertada muestra la magnetoresistencia en el eje a 2 K[122].

también una magnetoresistencia lineal respecto al campo magnético. Para explicar este fenómeno en los dicalcogenuros, se han propuesto teorías que relacionan la linealidad de la magnetoresistencia con la onda de densidad de carga[128, 129, 130]. La magnetoresistencia lineal, en este contexto, estaría relacionada con fluctuaciones cuánticas sobre el estado base de la ODC[131], produciendo cambios en la SF que favorecen el incremento lineal de la magnetoresistencia respecto al campo magnético. En este sentido, un orden de carga en el LaSb_2 explicaría el origen de su magnetoresistencia lineal, como resultado de las fluctuaciones en el estado base de la ODC. Pero hasta ahora no existe evidencia de la existencia de ODC en el LaSb_2 , incluyendo los más recientes estudios de conductividad óptica, transporte eléctrico y magnetismo[132, 134].

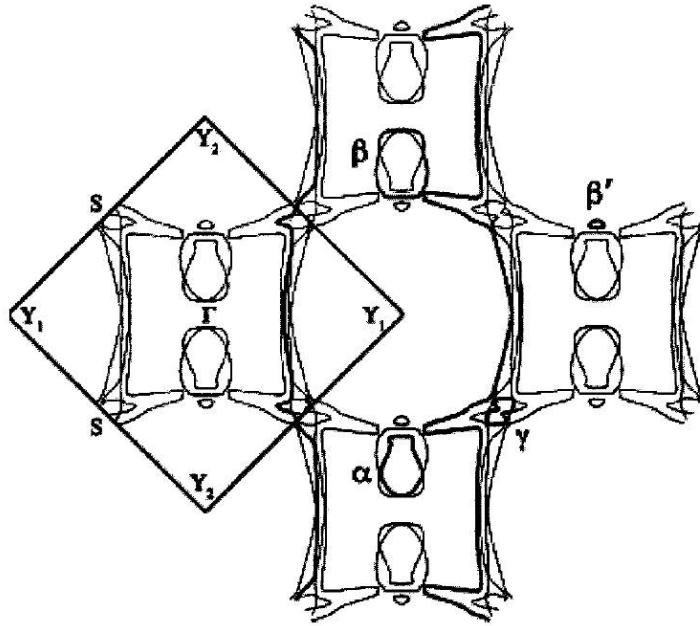


Figura 5.8: Contornos de la superficie de Fermi en el esquema de zona extendida[130].

Por otra parte, F. DiTusa y sus colaboradores midieron la superficie de Fermi del LaSb_2 (figura 5.8) usando oscilaciones de Haas-van Alphen[130]. Observaron tres órbitas α , β y γ . Las dos primeras están asociadas a hojas en la superficie de Fermi que son casi dos dimensionales, con órbitas cerradas a lo largo del eje cristalográfico $[001]$ (cilíndricas a lo largo del eje c). La órbita γ es pequeña y tridimensional, de tipo electrón, centrada en el punto S . Hay otras dos órbitas en el plano $\Gamma\Upsilon_1\Upsilon_2$ (ver figura 5.8) con órbitas abiertas en el plano perpendicular a el eje cristallino $[001]$. Las órbitas de la superficie de Fermi son muy pequeñas, indicando el bajo número de portadores del LaSb_2 . Cálculos de estructuras de bandas, dan dos bandas adicionales que no fueron observadas con oscilaciones de Haas-van Alphen, aunque si se han observado en medidas de fotoemisión[135]. Éstas, muestran que estados $5p$ con alta interacción espín-órbita del Sb , hibridan con estados $5p$ del La cerca al nivel de Fermi, dominando las características bidimensionales de la superficie de Fermi.

5.5. Propiedades superconductoras del LaSb_2

El LaSb_2 junto con el YbSb_2 (este último uno de los pocos compuestos superconductores de tipo I conocidos[133]) son los únicos compuestos de la familia de los antimonuros de tierras raras que presentan transición al estado superconductor. En el LaSb_2 se midió una temperatura crítica de 0.4K en el primer estudio de caracterización de la superconductividad de este material[136]. Sin embargo, las características superconductoras en este compuesto no han sido establecidas con certeza. Medidas de transporte eléctrico y sus-

ceptibilidad magnética en el estado superconductor del LaSb_2 [132, 134] muestran una transición al estado superconductor muy ancha, donde la transición empieza a temperaturas cercanas a 2 K, pero alcanzando un valor de resistividad cero a temperaturas por debajo de 1 K. adicionalmente, estos parámetros varían fuertemente entre muestra y muestra.

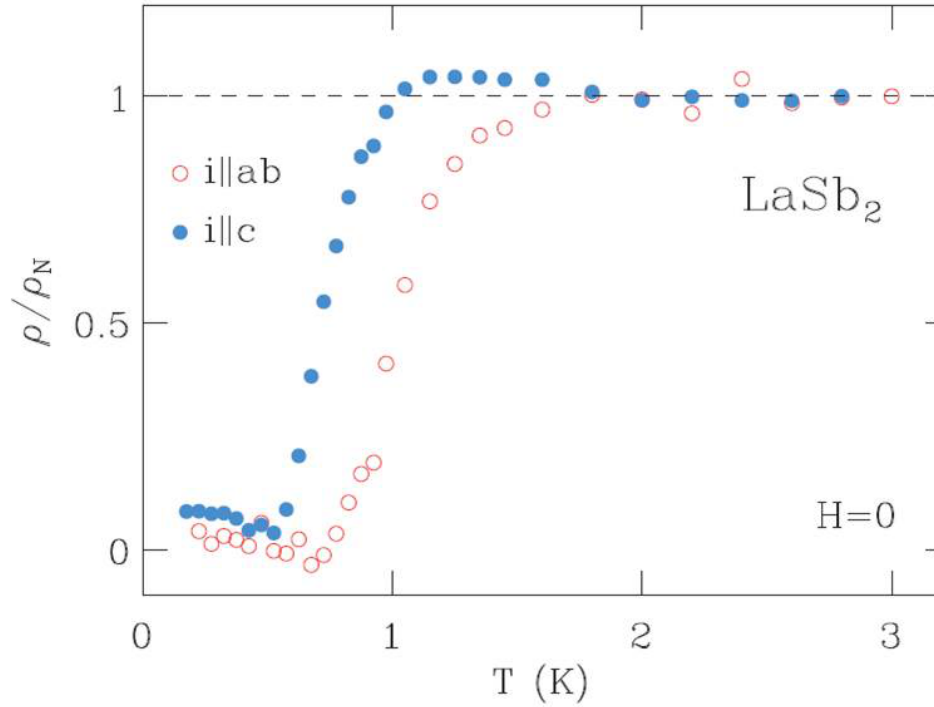


Figura 5.9: Resistividad normalizada a su valor en el estado normal vs temperatura para corrientes a lo largo del plano ab y del eje c [132].

Curiosamente, como muestra la figura 5.9, se encuentran temperaturas críticas diferentes, en función de si se mide la resistividad en el plano o a lo largo del eje c [137]. Las mediciones de susceptibilidad magnética dan resultados parecidos, con transiciones al estado superconductor anchas, y variaciones según el método de medida. En la referencia [134] se midieron, por medio de susceptibilidad magnética, los valores de campo crítico en función del ángulo del vector de campo magnético. Encontraron valores pequeños de 0.08 T para campos magnéticos perpendiculares al plano ab y de 0.02 T para campos paralelos al plano. Adicionalmente, encuentra que las propiedades del estado superconductor tienen una fuerte dependencia con la presión. Aplicando presión hidrostática sobre la muestra, la anisotropía se reduce considerablemente y la transición se vuelve mucho más clara, con una temperatura crítica de $T_c=2.1$ K a 4 Kbar.

5.6. Resultados Experimentales

Se hizo un estudio de topografía y espectroscopía túnel en la superficie de las muestras de LaSb_2 crecidas en el LBT. Las mediciones fueron hechas en un rango de temperatura de entre 0.15 K a 1.5 K. Las muestras fueron pegadas con epoxy de plata sobre un portamuestras de cobre. Las muestras de LaSb_2 requieren de un proceso de exfoliación previo al estudio con microscopía túnel. En este caso, a diferencia de los dicalcogenuros, las capas superficiales de las muestras no pueden ser arrancadas con simple celo adhesivo, ya que las capas tienen un acoplamiento más fuerte.

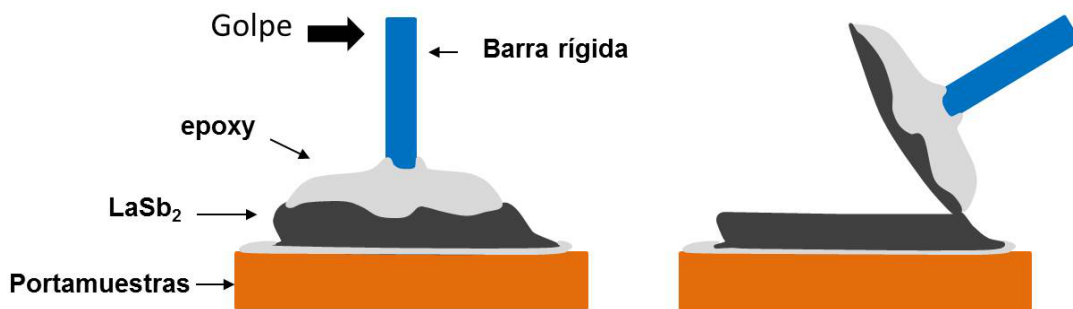


Figura 5.10: Metodo de exfoliación del LaSb_2 . Se pega sobre la superficie de la muestra una barra pequeña rígida con epoxy de plata, cubriendo con el pegamento toda la superficie. Luego de que el pegamento está seco, se le da un golpe a la barra, de forma tal que la barra desprende algunas capas de la superficie de la muestra.

Para obtener una superficie limpia y plana en la superficie, es necesario arrancar las primeras capas, para lo cual se usó el método mostrado en la figura 5.10. Una barra pequeña (de un tamaño comparable al de la muestra) se pega sobre ésta, asegurándose de cubrir con el pegamento (que puede ser el mismo epoxy usado para pegar la muestra al portamuestras) toda la superficie. Luego de que el pegamento esté seco, se da un golpe en la parte superior de la barra, haciendo que arranque un par de capas superficiales. Este método, aunque fue el más eficaz de los probados, no asegura una superficie completamente limpia, ya que, por las características de las muestras, pueden quedar superficies con hojas sueltas y residuos que no permiten tener condiciones adecuadas para efectuar microscopía túnel inmediatamente después de la exfoliación. Después de este proceso es necesario remover las hojas sueltas y levantadas con pinzas, por lo cual fue imposible realizar una exfoliación in situ, a bajas temperaturas, técnica usada en el LBT[138]. Exfoliando con este método en condiciones ambiente y removiendo manualmente los residuos sobre la muestra, encontramos superficies ópticamente planas y brillantes, sin hojas sueltas que puedan adherirse a la punta del microscopio.

5.6.1. Red atómica del LaSb_2

En la figura 5.11 se muestran imágenes con resolución atómica, tomadas a 0.15 K, en diferentes partes de la superficie del LaSb_2 . En éstas se pueden distinguir la periodicidad atómica para dos diferentes tipos de red; una hexagonal (figura 5.11a) y otra cuadrada (figura 5.11b).

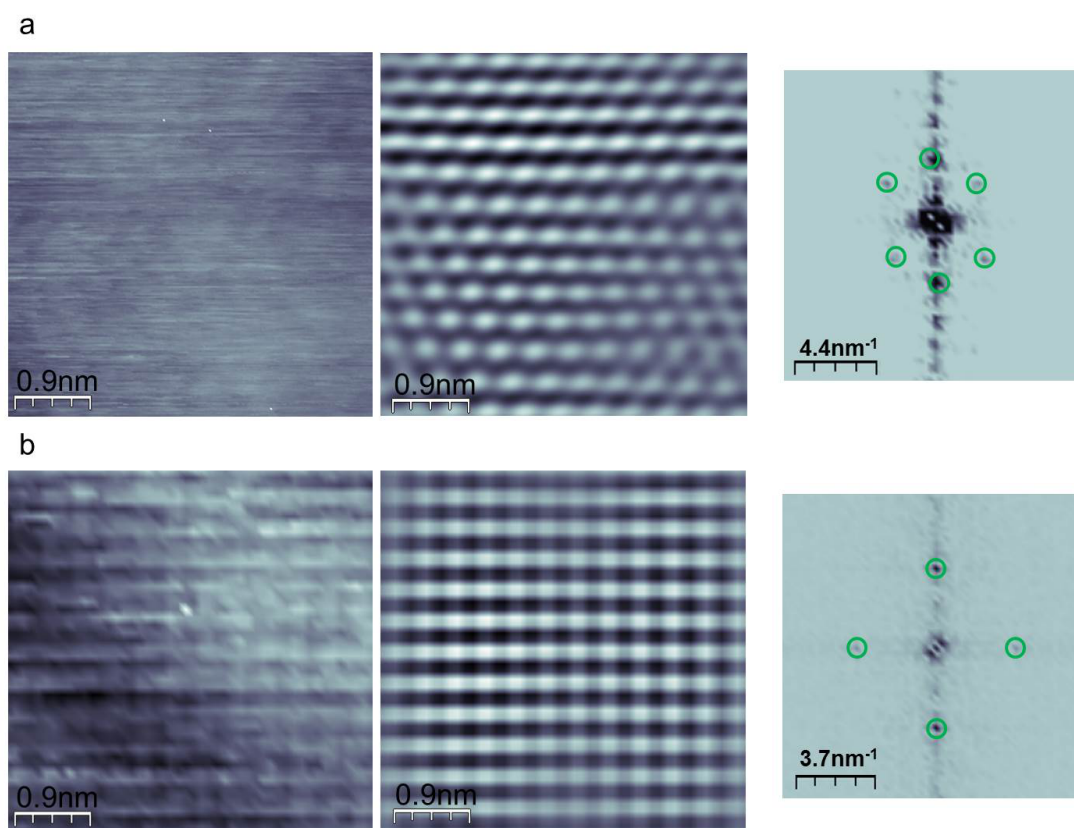


Figura 5.11: En los paneles derechos se muestran imágenes de topografía con resolución atómica tomadas a 0.15 K en dos partes diferentes de la muestra, con periodicidad (a) hexagonal y (b) cuadrada de la red atómica. Los paneles derechos muestran las transformadas de Fourier de cada imagen. Los círculos verdes resaltan los picos de Bragg de la modulación atómica. Los paneles del medio son imágenes filtradas, que solo tienen en cuenta los picos de Bragg dentro de los círculos verdes de la transformada de Fourier.

Para entender el origen de estos dos tipos de redes en la superficie, es necesario revisar la estructura cristalina del LaSb_2 , mostrada en la figura 5.6. Como se menciona en la sección 5.3, la estructura cristalina del LaSb_2 consiste en bicapas de átomos de La/Sb separadas por hojas de átomos de Sb. Los átomos de La y Sb en las bicapas, están organizados en una red hexagonal, mientras que los átomos de las hojas de Sb están en una red cuadrada. Las vistas superiores de estas estructuras, están resaltadas en la parte derecha de la figura 5.6. dependiendo de la forma como el cristal se rompa en el momento de ser exfoliado,

podemos encontrar la red hexagonal proveniente de las bicapas de La/Sb (figura 5.11a) o la red cuadrada proveniente de las hojas de Sb (figura 5.11b). Los parámetros de red coinciden con los valores medidos por dispersión de rayos X[123].

En zonas planas con resolución atómica, como las mostradas en la figura 5.11, se realizó un estudio de espectroscopía túnel, tomando curvas de corriente túnel en función del voltaje para diferentes temperaturas y campos magnéticos, cuyos resultados se resumen a continuación.

5.6.2. Gap superconductor, temperatura y campo crítico del LaSb_2

Se realizó un estudio espectroscópico en diferentes superficies del LaSb_2 , variando la temperatura y el campo magnético aplicado. La figura 5.12 muestra la conductancia túnel en función del voltaje y su dependencia con la temperatura. En el caso del LaSb_2 , a diferencia de los resultados obtenidos en los dicalcogenuros, no se encontró ninguna variación significativa de la conductancia túnel respecto a las diferentes posiciones de la punta sobre la superficie de la muestra, salvo algunas zonas donde el gap superconductor desaparecía, probablemente por presencia de óxido en la superficie.

El gap superconductor Δ es redondeado y tiene un valor finito a cero bias, pero los picos de cuasipartículas son claramente distinguibles. El gap superconductor se mantiene constante sobre zonas relativamente grandes, garantizando así su homogeneidad en la superficie. Al variar la temperatura, como muestra la figura 5.12a, el gap superconductor desaparece a una temperatura crítica de 1.2 K, con curvas de conductancia túnel planas en toda la superficie. Como se mostró en la introducción, la conductancia túnel tiene los picos de cuasipartículas en la posición de energía donde el gap superconductor se abre. A baja temperatura el valor máximo de la posición de los picos de cuasipartículas fue de 0.17 mV, indicando un valor del gap superconductor en torno a $\Delta \approx 0.17\text{meV}$. La curva de conductancia túnel puede ser ajustada a una densidad de estados (líneas rojas continuas de la figura 5.12a) con un valor alto de estados a la energía de Fermi, y una distribución de valores del gap superconductor con rangos entre 0.02 meV a 0.2 meV. La densidad de estados se calcula, simplemente, introduciendo una distribución de gaps en la fórmula BCS para la densidad de estados, como se hace para otros materiales con superconductividad multibanda[138, 139, 140]. Recordemos que los superconductores multibanda tienen una variación de Δ con respecto a \mathbf{k} , debido a que el valor del gap es distinto en diferentes capas de la superficie de Fermi. La superconductividad multibanda (en particular de dos bandas) fue predicha teóricamente en 1959 por Suhl, Matthias y Walker[141]. Aunque la teoría estipula que la formación de pares de Cooper se da entre electrones de bandas diferentes y que cada banda tiene una T_c diferente, puede aparecer

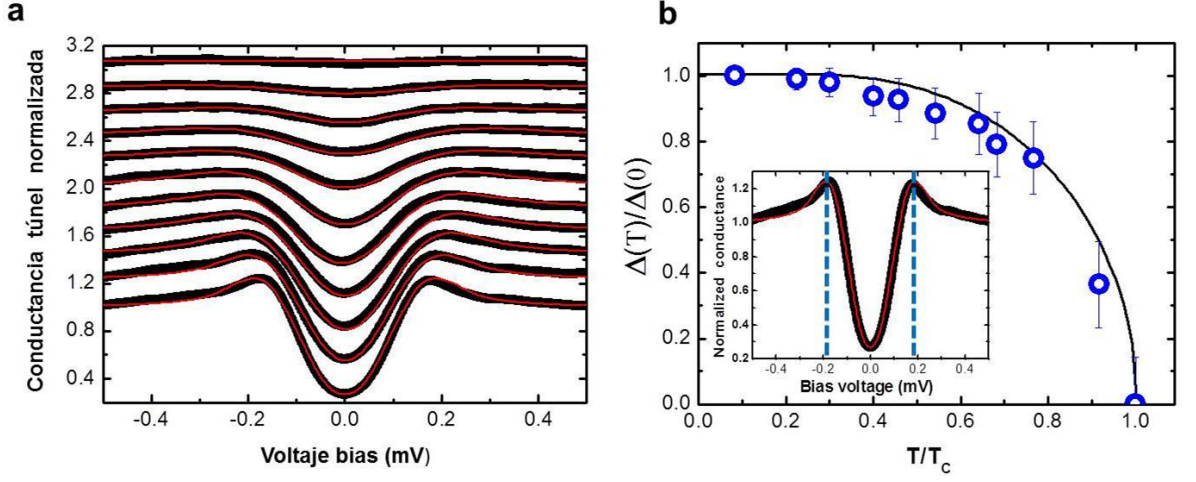


Figura 5.12: (a) Dependencia con la temperatura de la conductancia túnel experimental (línea negra gruesa) y conductancia calculada (línea roja). Los datos fueron tomados, de abajo hacia arriba, a temperaturas de 0.15, 0.27, 0.36, 0.48, 0.55, 0.6, 0.77, 0.82, 0.92, 1.1 y 1.2 K. (b) Dependencia con la temperatura de la posición de los picos de cuasipartículas en la densidad de estados usada para calcular la línea roja en (a). La línea continua negra es la dependencia del gap superconductor BCS en función de la temperatura. La imagen insertada muestra la curva de conductancia a la temperatura más baja, las líneas azules punteadas muestran la posición de los picos de cuasipartículas para un superconductor BCS de acoplamiento débil con una temperatura crítica de 1.2 K.

interacciones electrón-fonón entre los electrones de bandas diferentes, fenómeno conocido como dispersión interbanda. Esta dispersión tiene como resultado que las bandas con gaps mayores induzcan superconductividad en las bandas con gaps pequeños, de forma que todas las bandas presentan la misma temperatura crítica.

El valor del gap superconductor Δ que se obtiene de la ecuación BCS de acoplamiento débil, $\Delta = 1.76 k_B T_c$, para una $T_c = 1.2$ K es $\Delta = 0.182$ meV. Este valor está resaltado en la curva de conductancia a baja temperatura por las líneas azules punteadas en la imagen insertada de la figura 5.12b, las cuales están cerca a la posición de los picos de cuasipartículas. Al incrementar la temperatura, las curvas de conductancia túnel pueden ser ajustadas a una densidad de estados similar a la de baja temperatura, pero con la distribución de gaps gradualmente desplazada a más bajas energías. La figura 5.12b muestra la dependencia con la temperatura de la posición de los picos de cuasipartículas en la densidad de estados, la cual está un poco por debajo de la dependencia con la temperatura predicha por la teoría BCS (línea negra continua) para el gap superconductor.

El estudio espectroscópico en función del campo magnético, se muestra en la figura 5.13, con el campo aplicado perpendicular ($\mathbf{B} \perp ab$) y paralelo ($\mathbf{B} \parallel ab$) a la superficie de

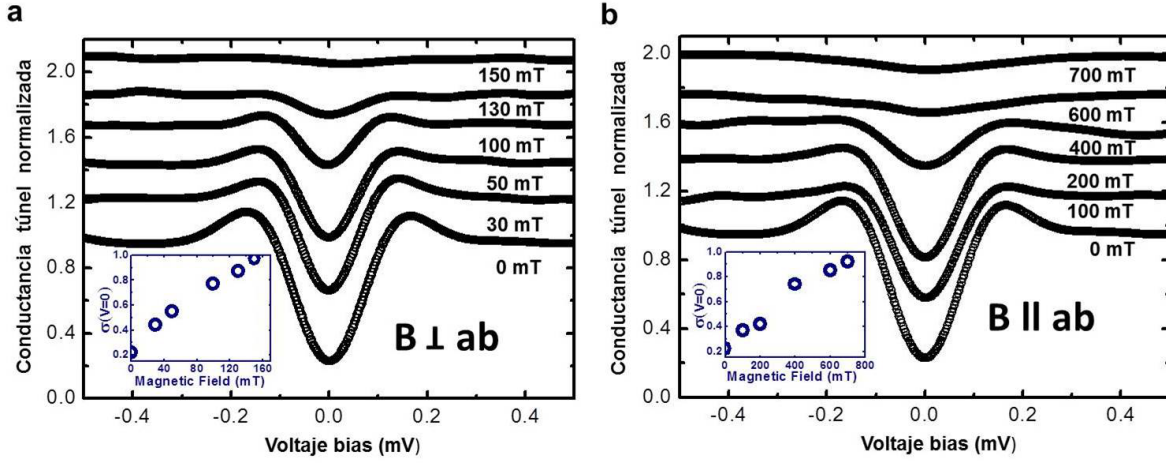


Figura 5.13: Dependencia con el campo magnético de la conductancia túnel, tomadas a 0.15 K para campo aplicado (a) perpendicular y (b) paralelo al plano ab . Las imágenes insertadas muestran la dependencia con el campo magnético del valor de conductancia túnel a voltaje cero.

la muestra. Las curvas fueron tomadas modificando la ventana de barrido para encontrar el gap superconductor más grande en la superficie. El campo magnético reduce el gap superconductor progresivamente, hasta hacer las curvas planas por encima del campo magnético crítico. Encontramos un campo magnético crítico anisótropo, de 700 mT y 150 mT para campo paralelo y perpendicular al plano ab respectivamente. Usando las ecuaciones de campo magnético crítico para superconductores anisótropos dadas por[142]:

$$H_{C2\parallel} = \frac{\phi_0}{2\pi\xi_{\perp}\xi_{\parallel}} \quad (5.1)$$

$$H_{C2\perp} = \frac{\phi_0}{2\pi\xi_{\perp}^2} \quad (5.2)$$

Encontramos valores para la longitud de coherencia en el plano de $\xi_{\perp} \sim 46$ nm y en el eje c de $\xi_{\parallel} \sim 10$ nm. Una longitud de coherencia tan grande, hace que los núcleos de los vórtices superconductores lo sean también, para observarlos con STM se requiere de áreas planas en la superficie muy grandes, las cuales no fueron posibles de obtener en este estudio. Adicionalmente, la figura 5.13 muestra en las curvas insertadas la dependencia del valor de conductancia túnel a voltaje cero respecto al campo aplicado. El número de estados a la energía de Fermi crece rápidamente al aumentar el campo magnético, lo que indica una activación del efecto de ruptura de pares.

5.7. Discusión de los resultados experimentales

En primer lugar, las imágenes de resolución atómica y sus asociadas transformadas de Fourier (figura 5.11), no muestran ningún tipo de modulación diferente a la proveniente de la periodicidad atómica. Por consiguiente no encontramos onda de densidad de carga a 0.15 K en el LaSb_2 . Este hecho, aunque no excluye por completo su existencia en este compuesto, si descarta la posibilidad de tener ODC con una periodicidad del orden del parámetro de red, como en los dicalcogenuros, la cual tendríamos que ver en las transformadas de Fourier de las imágenes de resolución atómica. La única posibilidad en este sentido sería que la ODC tenga una periodicidad mucho mayor a la vista en los dicalcogenuros, de forma que se necesiten imágenes de topografía con muchos más átomos de los observados en la figura 5.11. Este resultado se une a las evidencias experimentales[132, 134] que descartan la existencia de un orden de densidad de carga en el LaSb_2 que pueda explicar el comportamiento atípico de la magnetoresistencia.

La dependencia con la temperatura de las curvas de conductancia túnel, arrojaron una temperatura crítica de de 1.2 K, la cual fue medida en diferentes puntos de la superficie. Este valor de T_c es considerablemente mayor al encontrado en mediciones de transporte eléctrico y magnetización. En particular, es mucho mayor a la temperatura donde la resistividad alcanza su valor mínimo, cerca de 0.4 K[136]. Este mismo comportamiento se presenta en las mediciones de campo magnético crítico, las cuales dan valores un orden de magnitud mayores a los encontrados en mediciones de resistividad. Los parámetros obtenidos en mediciones macroscópicas considerablemente menores, presentan un aumento cuando la muestra es sometida a presiones. La superconductividad es fuertemente estabilizada al aplicar presión, aumentando el valor de T_c y reduciendo tanto su anisotropía, como el ancho de la transición respecto a la temperatura[134]. Esto evidencia que el desacoplamiento entre las capas y fallas en su apilamiento, que empeoran la transferencia electrónica, debilitan el estado superconductor del LaSb_2 , dando como resultado mediciones macroscópicas con parámetros que reflejan este debilitamiento. Las propiedades superconductoras encontradas aquí, por medio de espectroscopía túnel son más robustas. Esto debido a que el STM sondea la superconductividad sobre las últimas capas del material, arrojando una medición local menos afectada por las imperfecciones del bulk. Por lo tanto, los parámetros encontrados por microscopía túnel en el LaSb_2 , podrían reflejar las propiedades intrínsecas de este compuesto en la fase superconductora.

Es interesante comparar este resultado con experimentos de presión hechos en el dicalcogenuro TaSe_2 , el cual como vimos, presenta una transición macroscópica al estado superconductor extremadamente baja de 0.15 K. Al comprimir sus capas por medio de presión hidrostática de hasta 20 Kbar, T_c incrementa a temperaturas superiores a 1 K[143]. En los resultados del capítulo 3, se encontró un significativo aumento en la temperatura crítica en la superficie de hasta 1 K. En ambos casos, el aumento de la temperatura crítica en la

superficie podría deberse al carácter local de las mediciones de conductancia túnel, que se ven menos influidas por defectos de apilamiento y baja transferencia electrónica entre capas. Esto sugiere que las propiedades superconductoras de la superficie de compuestos en capas, pueden ser más robustas y mejor definidas respecto a las del bulk.

Es importante resaltar que la alta cantidad de estados al nivel de Fermi, encontrado en las curvas de conductancia túnel, indican propiedades superconductoras anómalas. El origen de estos estados no está claro, pero podrían estar relacionados a efectos de ruptura de pares (pair breaking en inglés), debido a desorden o acoplamiento con capas cercanas o regiones con propiedades superconductoras diferentes[60]. Adicionalmente, los picos de cuasipartículas redondeados muestran una amplia distribución de valores del gap superconductor por debajo del valor esperado por teoría BCS. Esto es compatible con las características de la superficie de Fermi del LaSb_2 [130], las cuales admiten la existencia de superconductividad multibanda o multigap. Las curvas de conductancia túnel encontradas para el LaSb_2 guardan características muy similares a las encontradas en otro superconductor multibanda con fuerte efecto de ruptura de pares en su superficie, el MgB_2 [144, 145, 146]. Las curvas de conductancia túnel en este compuesto en el estado superconductor, exhiben picos de cuasipartículas muy redondeados y alta cantidad de estados en E_F , que arrojaron parámetros superconductores que difieren de los encontrados en el bulk. Al igual que en el LaSb_2 , se encontró que en el MgB_2 el campo magnético incrementa el número de estados a la energía de Fermi, debido a un proceso de activación de ruptura de pares. Estas características del MgB_2 es atribuido a la presencia de varias bandas a la energía de Fermi que dan origen a diferentes valores del gap superconductor[147]. Dentro de este contexto, la dispersión interbanda de las cuasipartículas darían origen a un fuerte efecto de ruptura de pares, que se observa como un incremento en la densidad de estados al nivel de Fermi.

5.8. Conclusiones

Se construyó un sistema de crecimiento de muestras intermetálicas por la técnica de exceso de solución, en el cual se crecieron las muestras de LaSb_2 estudiadas en este capítulo. Las imágenes de resolución atómica nos permitieron visualizar la estructura cristalina del LaSb_2 , las cuales no mostraron evidencia de onda de densidad de carga a 0.15 K.

La caracterización por medio de espectroscopía túnel del LaSb_2 nos permitió determinar los principales parámetros superconductores de este compuesto. La temperatura crítica encontrada fue de 1.2 K, la cual es mayor a la reportada en experimentos de transporte eléctrico y susceptibilidad magnética. Se encontró un campo magnético crítico de 700 mT para campos aplicados perpendiculares a la superficie y de 150 mT para campos paralelos. Estos valores son de casi un orden de magnitud mayores a los reportados en mediciones de

susceptibilidad magnética. Estos valores difieren considerablemente de los encontrados en el bulk, e indican que la superconductividad del LaSb_2 es más estable en la superficie, donde los efectos de desacoplamiento de las capas son menos importantes. Esta característica contrasta con la alta calidad de las muestras, según lo que se obtiene de las medidas de resistividad. Claramente, los defectos influyen notablemente a la superconductividad, sin afectar demasiado a las propiedades de transporte. Quizá se podría intentar mejorar la calidad de las muestras intentando mejorar la cristalinidad en el plano ab . Algunas de estas muestras serán analizadas por otros miembros del grupo por radiación de sincrotrón, con objeto de conocer mejor sus propiedades cristalográficas, y ver si se obtiene alguna señal relacionada con una posible onda de densidad de carga.

La forma de las curvas de conductancia túnel y la dependencia de los estados a la energía de Fermi con la temperatura y el campo magnético sugieren que el LaSb_2 es un superconductor multibanda.

Resumen y conclusiones generales

Los trabajos del grupo durante los últimos años han demostrado que la espectroscopía túnel a bajas temperaturas es una herramienta muy poderosa para estudiar nuevos materiales superconductores. Se observan directamente algunas de las propiedades más importantes para entender su comportamiento, y para diseñar nuevas aplicaciones. Así, se puede estudiar con gran precisión el gap superconductor, y observar la red de vórtices al aplicar campos magnéticos. Hasta la fecha, la mayoría de los trabajos se centran en campos magnéticos perpendiculares a la superficie de la muestra.

Por otra parte, el interés de la comunidad científica se ha movido durante los últimos años hacia las propiedades electrónicas de compuestos cuasi bidimensionales, en parte gracias al descubrimiento del grafeno[44]. En estos sistemas, es particularmente importante controlar el vector del campo magnético para obtener información sobre la anisotropía. En esta tesis se ha desarrollado y construido un nuevo sistema de solenoides superconductores que proporciona campos magnéticos de hasta 5 T en una dirección y de 1 T en todas las direcciones del espacio. Se ha puesto a punto un sistema de microscopía túnel local en un criostato de dilución que permite alcanzar temperaturas cercanas a 100 mK. Así, se ha construido una nueva herramienta para el laboratorio, que permite realizar microscopía variando la orientación del campo magnético respecto a la superficie de la muestra.

Este desarrollo ha permitido estudiar diferentes sistemas superconductores cuasi bidimensionales. Por un lado, dicalcogenuros de metales de transición, cuyas muestras han sido suministradas por otros grupos (Valencia y Bristol). Estos compuestos cristalizan con la fórmula MX_2 (donde M es un metal de transición y X un elemento calcógeno). Presentan interesantes propiedades estructurales, ópticas, eléctricas, magnéticas y químicas [42], algunas de ellas de gran interés para las aplicaciones tecnológicas [56, 57]. En el caso del

TaSe₂, TaS₂ y NbSe₂ a bajas temperaturas se encuentra la coexistencia de dos fenómenos que, al día de hoy, continúan sin ser completamente explicados; la superconductividad y la onda de densidad de carga[80]. Adicionalmente, al ser compuestos laminados exhiben un fuerte carácter bidimensional en sus propiedades cristalinas y electrónicas. Gracias a esta característica, estos dicalcogenuros permiten su exfoliación en capas individuales. Por otro lado, hemos sintetizado y estudiado en el laboratorio el compuesto LaSb₂ en el estado superconductor. Es otro compuesto laminar, cuyas propiedades superconductoras todavía son objeto de debate.

En la familia de los dicalcogenuros, hemos estudiado las propiedades superconductoras de capas de TaSe₂ y de TaS₂. Para ello, se realizó un estudio exhaustivo de topografía y espectroscopía túnel en la superficie de estos materiales. En el caso del TaSe₂ se encontraron zonas sobre la superficie con diferentes propiedades cristalinas. Por un lado, algunas zonas tienen el comportamiento esperado en este material, con multicapas superconductoras en la estructura 2H, las cuales exhiben un gap superconductor en su densidad de estados. En algunas áreas de la superficie, se encontraron diferentes politipos. En algunas capas, se observa la estructura cristalina 2H, sobre capas con estructura 1T. Las capas 2H, con un espesor igual a la celda unidad, mostraron un comportamiento anómalo en su densidad de estados, que no fue encontrado en las capas 1T. Sobre los átomos de selenio de las mono-capas 2H, aparece un pico en la conductancia túnel a voltaje cero, que indica una clara localización en la densidad de estados a la energía de Fermi. Esta localización está fuertemente modulada por la onda de densidad de carga presente en esta fase. Para temperaturas superiores a la temperatura crítica superconductora, esta localización de estados desaparece y la densidad de estados se hace normal. Se caracterizó la conductancia túnel en función de la temperatura y campo magnético en las diferentes estructuras encontradas en la superficie del TaSe₂. En la superficie del TaS₂ se encontró la estructura 2H en todas sus capas, con curvas de conductancia túnel que muestran el gap superconductor de este compuesto. En algunas zonas de la superficie se encontraron capas desacopladas del resto del material, en las cuales se midió un pico en la conductancia túnel a voltaje cero. Este pico, al igual que el caso anterior, indica una localización en la densidad de estados a la energía de Fermi, extendido sobre toda la capa desacoplada. Se encontró que las características de este estado localizado dependen del nivel de desacoplamiento de la capa. Para temperaturas mayores a la temperatura crítica, la localización de estados desaparece, al igual que el gap superconductor en las capas bien acopladas.

Concluimos que esta localización de estados a la energía de Fermi, corresponde con el establecimiento de estados ligados de Andreev en las superficies de capas superconductoras de TaSe₂ y TaS₂. Proponemos que este resultado implica superconductividad no convencional, con cambio de signo en el parámetro de orden superconductor, y que la aparición de este tipo de superconductividad está íntimamente ligada a la presencia de

capas o monocapas con cierto grado de desacople del sustrato.

En el caso del NbSe_2 nos centramos en el estudio de la dependencia de la red de vórtices superconductor en función del ángulo de campo magnético aplicado. En NbSe_2 , los vórtices tienen forma de estrella, relacionada con la anisotropía en el plano del gap superconductor. La estrella está desorientada con respecto a los próximos vecinos de la red de vórtices 30 grados (cuando se toman imágenes a voltaje bias cero). Al variar el ángulo del campo magnético con respecto de la superficie (ángulo polar), se ha observado que la red de vórtices se distorsiona, debido a la anisotropía cristalina en un plano perpendicular al campo magnético. Este efecto era ya conocido, reproduciéndose resultados obtenidos anteriormente[161], y que están de acuerdo con la teoría de Ginzburg-Landau para superconductores anisótropos. Cuando el campo magnético está inclinado, hemos variado también el ángulo del campo con respecto a la dirección en la que se encuentra la forma de estrella de los vórtices (ángulo azimutal). En este estudio, hemos encontrado nuevas informaciones sobre la influencia de la anisotropía cristalina en la dinámica y en el núcleo de los vórtices.

Demostremos primero que los estados localizados que forman la estrella se extienden en la superficie para campos magnéticos inclinados. Esto produce líneas en las imágenes de espectroscopía, con un patrón que depende del ángulo azimutal. Después, encontramos que los estados localizados entre diferentes vórtices hibridizan y forman un patrón característico. El patrón depende sensiblemente de la orientación del campo magnético en el plano con respecto a la red cristalina. Los vórtices se orientan con respecto del campo, por lo que se puede realizar un estudio detallado de la orientación de la red con respecto a la forma de estrella del núcleo. Finalmente, observamos que los vórtices se mueven cuando el campo está inclinado. El origen del movimiento es la presencia de gradientes de campo que generan corrientes y a su vez una fuerza de Lorentz que actúa sobre los vórtices. Así, hemos podido estudiar la influencia de los estados localizados del núcleo de los vórtices sobre la dinámica de vórtices. La dinámica de la red de vórtices depende sensiblemente de la hibridación entre estados localizados en los vórtices y de las direcciones de anisotropía del gap superconductor en la superficie, demostrando por primera vez que los estados localizados influyen notablemente en el movimiento de los vórtices.

Finalmente, en el compuesto LaSb_2 hemos conseguimos caracterizar algunas de sus propiedades superconductoras en función de la temperatura y campo magnético. Encontramos ausencia de orden de densidad de carga a 150 mK y propiedades superconductoras más robustas en sus últimas capas que en el material volumétrico. Adicionalmente, encontramos características en la densidad de estados del LaSb_2 que abren la posibilidad de que éste sea un superconductor multibanda.

- [1] H. Kameligh Onnes. *Leiden Commun.*, **120B**, 122b, 124c (1911).
- [2] J. Bardeen, L. N. Cooper y R. Schrieffer *Phys. Rev.*, **108**, 1175 (1957).
- [3] G.Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, y E. Weibel. *Phys. Rev. Lett.*, **49**, 57-61 (1982).
- [4] F. London y H. London *Proc. Roy. Soc.*, **A149**, 71 (1935).
- [5] V. L. Ginzburg y L. D. Landau. *Zh. Eksp. Teor. Fiz.*, **20**, 1064 (1950).
- [6] L. N. Cooper, *Phys. Rev.* **104**, 1189 (1956).
- [7] A. A. Abrikosov. *Sov. Phys. JETP* **5**, 1174 (1957).
- [8] H. Frohlich. *Phys. Rev.* **79**, 845-856 (1950).
- [9] J. Bardeen. *Phys. Rev. Lett.*, **6**, 57 (1961).
- [10] J. Bardeen. *Phys. Rev. Lett.*, **1**, 399-400 (1958).
- [11] J. Tersoff, y D. R. Hamann. *Phys. Rev. Lett.*, **50** (1983).
- [12] G. Binning, A. Baratoff, H. E. Hoenig, y J. G. Bednorz. *Phys. Rev. Lett.*, **45**, 1352-1355 (1980).
- [13] J.G. Bednorz y K.A. Müller. *Phys. B.*, **64** (1986).
- [14] J. R. Gavaler. *Appl. Phys. Lett.*, **23**, 480 (1973).
- [15] W Lawrence y S Doniach. *Proc. 12th Inter. Conf. on Low Temperature Physics, Academic Press of Japan, Kyoto*, (1971).

- [16] M. Tinkham. Introduction to Superconductivity, second edition. Dover Publications, New York (2004).
- [17] L. P. Gor'kov. *Sov. Pfyd. JETP*, **36**, 1364 (1959).
- [18] D. Daghero, M. Tortello, G.A. Ummarino, J.-C. Griveau, E. Colineau, R. Eloirdi, A.B. Shick, J. Kolorenc, A.I. Lichtenstein y R. Caciuffo *Nature Communications*, **3**, 786 (2012).
- [19] J. Bardeen, L. N. Cooper, y J. R. Schrieffer. *Phys. Rev.*, **108**, 11751204 (1957).
- [20] W. H. Kleiner, L. M. Roth y S. H. Autler. *Phys. Rev.*, **133**, 1226-1227 (1964).
- [21] J. B. Ketterson y S. N. Song. Superconductivity. *Cambridge University Press* (1999).
- [22] C. Renner, A. D. Kent, P. Niedermann, y Ø. Fischer. *Phys. Rev. Lett.*, **67**, 1650-1652 (1991).
- [23] R. V. Coleman, G. K. Eiserman, S. J. Hillenius, A. T. Mitchell, y J. L. Vicent. *Phys. Rev. B.*, **27**, 125-139 (1983).
- [24] J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zenitani, y J. Akimitsu. *Nature*, **410**, 63 (2001).
- [25] A. Yazdani, B. A. Jones, C. P. Lutz, M. F. Crommie y D. M. Eigler. *Science*, **275**, 1767 (1997).
- [26] P. Das, R. de Bruyn Ouboter, y K. W. Taconis. *Proc. LT9*, Columbus Ohio (1964).
- [27] H. London y G. R. Clark. *Phys. Rev.*, **128**, 5 (1962);
- [28] P. W. Anderson. **Phys. Rev. Lett.** **9**, 309 (1962).
- [29] Y. B. Kim, C. F. Hempstead, y A. R. Strnad. **Phys. Rev.** **131**, 2486 (1963).
- [30] P. W. Anderson and Y. B. Kim. **Rev. Mod. Phys.** **36**, 39 (1964).
- [31] W. J. Huiskamp y O. V. Lounasmaa. *Rep. Prog. Phys.*, **36**, 423-496 (1972);
- [32] R. Young, J. Ward, y F. Scire. *Rev. Sci. Instrum.*, **43**, 999-1011 (1972);
- [33] E. C. Teague. *Journal of reserch of the national bureau of standards.*, **91**, 4 (1986);
- [34] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, y E. Weibel. *Appl. Phys. Lett.*, **40**, 172 (1982);
- [35] J. Bardeen. *J. Phys. Rev. Lett.*, **6**, 57 (1961);

-
- [36] C. J. Chen. Introduction to Scanning Tunneling Microscopy. Oxford University Press. ISBN 0-19-507150-6 (1993).
- [37] J. G. Rodrigo, H. Suderow, S. Vieira, E. Bascones, y F. Guinea. *J. Phys.: Condens. Matter*, **16**, 1151 (2004).
- [38] H. Suderow, I. Guillamon y S. Vieira. *Rev. Sci. Instrum.*, **82**, 033711 (2011).
- [39] J.A. Galvis, M. Crespo, I. Guillamón, H. Suderow, S. Vieira, M. García Hernández, S. Budko, P. C. Canfield. *Solid State Communication*, **152**, 1076-1079 (2012).
- [40] Y. De Wilde, M. Iavarone, U. Welp, V. Metlushko, A. E. Koshelev, I. Aranson, G. W. Crabtree, P. L. Gammel, D. J. Bishop, y P. C. Canfield. *Physica C*, **282-287**, 355-358 (1997).
- [41] S. V. Shulga, S. L. Drechsler, G. Fuchs, y K. H. Müller. *Phys. Rev. Lett.*, **80**, 8 (1998).
- [42] J. A. Wilson, F. J. DiSalvo, y S. Mahajan. *Adv. Phys.*, **24**, 117 (1975).
- [43] B. J. Dalrymple, s. Mroczkowski y D. E. Prober. *Journal of Crystal Growth*, **74**, 575-580 (1986).
- [44] K. S. Novoselov, A. K. Geim, S. V. Morozov, D. Jiang, M. I. Katsnelson, I. V. Grigorieva, S. V. Dubonos, y A. A. Firsov. *Nature (London)*, **438**, 197 (2005).
- [45] H. A. Castro Neto, F. Guinea, N. M. R. Peres, K. S. Novoselov y A. K. Geim. *Rev. Mod. Phys.*, **81**, 109-162 (2009).
- [46] A. S. Mayorov, et al. *Nano Lett*, **11**, 2396-2399 (2011).
- [47] J. S. Bunch, et al. *Nano lett.*, **8**, 2458-2462 (2008).
- [48] Y. Guo, et al. *Science*, **306**, 1915 (2004).
- [49] D. Eom, S. Qin, M.Y. Chou, y C. K. Shih. *Phys. Rev. Lett.*, **96**, 027005 (2006).
- [50] S. Qin, J. Kim, Q. Niu y C. K. Shih. *Science*, **324**, 1314 (2009).
- [51] T. Zhang, et al. *Nature Phys.*, **6**, 104 (2010).
- [52] D.-A. Luh, T. Miller, J. J. Paggel y T. C. Chiang. *Phys. Rev. Lett.*, **88**, 256802 (2002).
- [53] F. Yndurain, M. P. Jigato. *Phys. Rev. Lett.*, **100**, 205501 (2008).
- [54] Q. Y. Wang, et al. *Chin. Phys. Lett.*, **29**, 037402 (2012).
- [55] D. Liu, et al. *Nature Comm.*, **3**, 931 (2012).

- [56] Editorial “Graphene is not alone” *Nature nanotechnology*, **7**, 683 (2012).
- [57] Qing Hua Wang et al. *Nature nanotechnology*, **7**, 699-712 (2012).
- [58] S. J. Hillenius y R. V. Coleman. *Phys. Rev. B*, **18**, 3790-3798 (1978).
- [59] N. V. Smith, S. D. Kevan y F. J. DiSalvo. *J. Phys.C: Solid State Phys.*, **18**, 3175-3189 (1985).
- [60] R. C. Dynes, V. Narayanamurti, y J. P. Garno. *Phys. Rev. Lett.*, **47**, 1509-1512 (1978).
- [61] B. Giambattista, A. Johnson y R. V. Coleman. *Phys. Rev. B*, **37**, 2741-2744 (1988).
- [62] K. Rossnagel. *J. Phys.: Condens. Matter*, **23**, 213001 (2011).
- [63] G. Grüner. *Rev. Mod. Phys.*, **60**, 1129 (1988).
- [64] S. Borisenko, et al. *Phys. Rev. Lett.*, **100**, 196402 (2008).
- [65] R. E. Peierls. *Ann. Phys. Leipzig*, **4**, 121 (1930).
- [66] I. Guillamon, et al. *New Journal of Physics*, **13**, 103020 (2011).
- [67] D. E. Moncton, J. D. Axe y F. J. DiSalvo. *Phys. Rev. B*, **16**, 801-819 (1977).
- [68] K. Rossnagel y N. V. Smith. *Phys. Rev. B*, **76**, 073102 (2007).
- [69] T. Kumakura, H. Tan, T. Handa, M. Morisita, y H. Fukuyama. *Czech. J. Phys.*, **46**, 261 (1996).
- [70] G. Kurata, T. Matsui, y H. Fukuyama. *Physica B*, **284-288**, 551 (2000).
- [71] H. Mutka. *Phys. Rev. B*, **28**, 2855 (1983).
- [72] L. N. Bulaevskii. *Sov. Phys. UPS.*, **449-483**, 116 (1975).
- [73] I. Guillamon, H. Suderow, J. G. Rodrigo, S. Vieira, P. Rodière, L. Cario, E. Navarro-Moratalla, C. Martín-Gastaldo, y E. Coronado *New J. Phys.*, **13**, 103020 (2011).
- [74] Y. Muto, Y. Okado, N. Kobayashi, N. Toyorta y A. Hoshi. *J. Phys. (Paris) Colloq.*, **39**, C6-458 (1978).
- [75] P. Garoche, P. Manuel, J. J. Veyssié y P. Molinié. *J. Low Temp. Phys.*, **30**, 323-336 (1978).
- [76] R. M. Fleming y R. V. Coleman. *Phys. Rev. B*, **16**, 302 (1977).

-
- [77] J. E. Graebner y M. Robbins. *Phys. Rev. Lett.*, **36**, 422 (1976).
- [78] R. C. Dynes, V. Narayanamurti y J. P. Garno. *Phys. Rev. Lett.*, **41**, 1509 (1978).
- [79] N. J. Doran, G. Wexler y A. m. Woolley. *J. Phys. C: Solid State Phys.*, **11** (1978).
- [80] F. J. Di Salvo, D. E. Monton, J. A. Wilson y S. Mahajan. *Phys. Rev. B*, **14**, 4 (1976).
- [81] B. Giambattista, A. Johnson, R. V. Coleman, B. Drake y P. K. Hansma. *Phys. Rev. B*, **37**, 5 (1988).
- [82] L. N. Bulaevskii. *Sov. Phys. UPS.*, **19**, 836 (1976).
- [83] H. Suderow, V. G. Tisen, J. P. Brison, J. L. Martínez y S. Vieira. *Phys. Rev. Lett.*, **95**, 117006 (2005).
- [84] E. Coronado, C. Martí-Gastaldo, E. Navarro-moratalla, A. Ribera, S. J. Blindell y P. J. Baker. *Nat. Chem.*, **2**, 1031 (2010).
- [85] A. LeBlanc y A. Nader. *Solid State Commun.*, **150**, 1346 (2010).
- [86] D. S. Inosov, et al. *Phys. Rev. B*, **79**, 125112 (2009).
- [87] F. R. Gamble, f. J. Disalvo, R. A. Klemm y T. H. Geballe. *Science*, **168**, 568 (1970).
- [88] R. C. Morris y R. V. Coleman. *Phys. Rev. B*, **7**, 3 (1973).
- [89] D. A. Whitney, R. M. Fleming y R. V. Coleman. *Phys. Rev. B*, **15**, 3 (1977).
- [90] A. Schlicht, M. Schwenker, W. Biberacher y A. Ierf. *J. Phys. chem. B*, **105**, 4867-4871 (2001).
- [91] F. Kadijk, R. Huisman y F. Jellinek. *Recl. Trav. Chim.*, **83**, 768-775 (2010).
- [92] A. Meetsma, G. A. Wiegers, R. J. Haange y J. L. de Boer. *Acta Cryst.*, **C46**, 1598-1599 (1990).
- [93] S. J. Hillenius y R. V. Coleman. *Phys. Rev. B*, **18**, 8 (1978).
- [94] R. V. Coleman, B. Giambattista, P. K. Hansma, A. Johnson, W. W. McNairy y C. G. Slough. *Adv. Phys.*, **37**, 6 (1988).
- [95] C. caroli, P. G. de Gennes y J. Matricon. *Phys. Letters*, **9**, 307-309 (1964).
- [96] H. F. Hess, R. B. Robinson, R. C. Dynes, J. M. Valles y J. W. Waszczak. *Phys. Rev. Lett.*, **62**, 2 (1989).

- [97] Y. Fasano, y M. Menghin. **Supercond. Sci. Technol.** **21**, 023001 (2008).
- [98] A. Yazdani, B. A. Jones, C. P. Lutz, M. F. Crommie y D. M. Eigler. *Science*, **275**, 5307 (1997).
- [99] A. V. Balatsky, I. Vekhter y Jian-Xin Zhu. *Rev. Mod. Phys.*, **78**, 373-433 (2006).
- [100] O Fischer, M. Kugler, I. Maggio-Aprile, C. Berthod, y C. Renner. *Rev. Mod. Phys.*, **79**, 353 (2007).
- [101] H. Suderow, I. Guillamon, J.G. Rodrigo y S. Vieira. "to be published"(2014).
- [102] C. R. Hu. *Phys. rev. Lett.*, **72**, 1526 (1994).
- [103] C. Yang y C. R. Hu. *Phys. rev. B.*, **50**, 16766 (1994).
- [104] D. Saint-James. *J. Phys. (Paris)*, **25**, 899 (1964).
- [105] M. Aprili, M. Covington, E. Paraoanu, B. Niedermeier, y L. H. Greene. *Phys. rev. B.*, **57**, 14 (1998).
- [106] L. Alff, S. Kleefisch, U. Schoop, M. Zittartz, T. Kemen, T. Bauch, A. Marx, y R. Gross. *Eur. Phys. J. B.*, **5**, 423-438 (1998).
- [107] T. Lofwander, V. S. Shumeiko y G. Wendin. *Supercond. Sci. Technol.*, **14**, R53-R77 (2001).
- [108] G. Deutscher. *Rev. Mod. Phys.*, **77**, 1 (2005).
- [109] M. Sato, Y. Tanaka, K. Yada, y T. Yokoyama *Phys. rev. B.*, **83**, 224511 (2011).
- [110] B. Uchoa, G. G. Cabrera, y A. H. Castro Neto *Phys. rev. B.*, **71**, 184509 (2005).
- [111] I. Guillamon, M. Crespo, H. Suderow, S. Vieira, J.P. Brison, S.L. Budko y P.C. Canfield. *Physica C*, **470**, 771-775 (2010).
- [112] R. Wang y H. Steinfink. *Inorg. Chem.* **6**, 1685 (1967).
- [113] L. Budko, P. C. Canfield, C. H.Mielke y A. H. Lacerda. *Phys. rev. B.*, **57**, 13624 (1998).
- [114] A. J. Freeman. *Magnetic properties of rare earth metals.*, R. J. Elliott, London: Plenum Press (1972).
- [115] P. C. Canfield y Z. Fisk. *Philos. Mag. B*, **65**, 1117 (1992).

-
- [116] P. C. Canfield. *Properties and Applications of Complex Intermetallics*, edited by E. Belin-Ferre, Series on Complex Metallic Alloys Vol. 2 (World Scientific, Singapore, 2005), p. 93.
- [117] P. C. Canfield, J. D. Thompson, y Z. Fisk. *J. Appl. Phys.*, **70**, 5992 (1991).
- [118] J. F. DiTusa *et al.* *J. Phys.:Conf. Ser.*, **273**, 012151 (2011).
- [119] D. P. Young, R. G. Goodrich, J. F. DiTusa, S. Guo, P. W. Adams, J. Y. Chan y D. Hall. *Appl. Phys. Lett.*, **82**, 3713 (2003).
- [120] P. C. Canfield y I. R. Fisher. *Journal of Crystal Growth*, **225**, 155 (2001).
- [121] R. Vogel y K. Klose. *Z. Metallk.*, **45**, 663 (1954).
- [122] S. L. Budko, P. C. Canfield, C. H. Mielke, y A. H. Lacerda. *Phys. Rev. B* **57**, 13624 (1998).
- [123] R. Young, R. G. Goodrich, J. F. DiTusa, S. Guo, y P. W. Adams. *Appl. Phys. Lett.* **82**, 21 (2003).
- [124] A. A. Abrikosov. Fundamentals of the theory of metals. North-Holland (1988).
- [125] R. G. Chambers. Electrons in Metals and Semiconductors. **Chapman and Hall**. London (1990).
- [126] N. W. Ashcroft y N. D. Mermin. Solid State Physics. **Rinehart and Winston**. New York (1973).
- [127] H. Yang, B. Fauque, L. Malone, A. Antunes, Z. Zhu, C. Uher y K. Behnia. *Nat. Commun.* **1**, 47 (2010).
- [128] A. H. Castro Neto. *Phys. Rev. Lett.* **86** 43824385 (2001).
- [129] R. Young, R. G. Goodrich, J. F. DiTusa, S. Guo, y P. W. Adams. *Appl. Phys. Lett.* **82**, 21 (2001).
- [130] R. G. Goodrich, D. Browne, R. Kurtz, R. Young, J. F. DiTusa, P.W. Adams, y D. Hall. *Phys. Rev. B* **69**, 125114 (2004).
- [131] L. M. Falicov y H. Smith. *Phys. Rev. Lett.* **29**, 124 (1972).
- [132] J F DiTusa *et al.* *J. Phys.: Conf. Ser.* **273** 012151 (2011).
- [133] L. L. Zhao, S. Lausberg, H. Kim, M. A. Tanatar, M. Brando, R. Prozorov, y E. Morosan *Phys. Rev. B* **85** 214526 (2012).

- [134] S. Guo, D. P. Young, P. W. Adams, X. S. Wu, Julia Y. Chan, G. T. McCandless, y J. F. DiTusa. **Phys. Rev. B** **83**, 174520 (2011).
- [135] A. I. Acatrinei, D. Browne, Y. B. Losovyi, D. P. Young, M. Moldovan, J. Y. Chan, P. T. Sprunger, y R. L. Kurtz. **J. Phys. Condens. Matter** **15**, L511 (2003).
- [136] F. Hullinger y H. R. Ott. **J. Less-Common Met.** **55**, 103 (1977).
- [137] P. Szabo, P. Samuely, J. Kacmarcik, A. G. M. Jansen, A. Briggs, A. Lafond, y A. Meerschaut. **Phys. Rev. Lett.** **86**, 5990 (2001).
- [138] M. Crespo, H. Suderow, S. Vieira, S. Budko, y P. C. Canfield. **Phys. Rev. Lett.** **96**, 027003 (2006).
- [139] J. G. Rodrigo y S. Vieira. **Physica C** **404**, 306 (2004).
- [140] I. Guillamon, H. Suderow, S. Vieira, L. Cario, P. Diener, y P. Rodière. **Phys. Rev. Lett.** **101**, 166407 (2008).
- [141] H. Suhl, B. T. Matthias y L. R. Walker **Phys. Rev. Lett.** **3**, 552 (1959).
- [142] J. B. Ketterson y N. Song. **Cambridge University Press Cambridge**, England (1998).
- [143] T. Smith, R. Shelton, y R. Schwall. **J. Phys. F: Met. Phys.** **5**, 1713 (1975).
- [144] G. Karapetrov, M. Iavarone, W. K. Kwok, G. W. Crabtree y D. G. Hinks. **Phys. Rev. Lett.** **86**, 4374 (2001).
- [145] M. Zehetmayer. **Supercond. Sci. Technol.** **26**, 043001 (2013).
- [146] A. Y. Liu, I. I. Mazin, y J. Kortus. **Phys. Rev. Lett** **87**, 087005 (2001).
- [147] E. Bascones y F. Guinea. **Phys. Rev. B** **64**, 214508 (2011).
- [148] G. Rubio-Bollinger, H. Suderow, y S. Vieira. **Phys. Rev. Lett** **86**, 5582 (2001).
- [149] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin y V. M. Vinokur. **Rev. Mod. Phys.** **66**, 1125-1388 (1994).
- [150] E H Brandt. **Rep. Prog. Phys.** **58**, 1465 (1995).
- [151] U. Essman y H. Trauble. **Physics Letters A** **24:526** (1967).
- [152] H. F. Hess, R. B. Robinson y J. V. Waszczak. **Phys. Rev. Lett** **64**, 22 (1990).

-
- [153] K. Harada, T. Matsuda, J. Bonevich, M. Igarashi, S. Kondo, G. Pozzi, U. Kawabe y A. Tonomura. **Nature** **360**, 51 (1992).
- [154] C. C. Tsuei, J. R. Kirtley, C. C. Chi, Lock See Yu-Jahnes, A. Gupta, T. Shaw, J. Z. Sun, y M. B. Ketchen. **Phys. Rev. Lett** **73**, 593 (1994).
- [155] A. Oral, S. J. Bending, R. G. Humphreys y M. Henini. **Supercond. Sci. Technol.** **10**, 17 (1997).
- [156] A. Volodin, K. Temst, C. Van Haesendonck, Y. Bruynseraede, M. I. Montero y I. K. Schuller. **Europhys. Lett.** **58**, 582 (2002).
- [157] A. Grigorenko, S. Bending, T. Tamegal, S Ooi y M. Henini. **Nature** **414**, 728-731 (2001).
- [158] A. Buzdin y D. Ferinberg. **J. Phys.** **51**, 1971 (1990).
- [159] J.R. Clem. **Phys. Rev. B** **43**, 7837 (1991).
- [160] S.N. Artemenko y A.N. Kruglov. **Phys. Lett.** **83**, 485 (1990).
- [161] H. F. Hess, C. A. Murray y J. V. Wazczak. **Phys. Rev. B** **50**, 1652816540 (1994).
- [162] L. F. Mattheiss. **Phys. Rev.** **30**, 784 (1973).
- [163] M. D. Johannes, I. I. Mazin, y C. A. Howells. **Phys. Rev. B** **73**, 205102 (2006).
- [164] K. Rossnagel, O. Seifarth, L. Kipp, M. Skibowski, D. Voß, P. Kruger, A. Mazur, y J. Pollmann. **Phys. Rev. B** **64**, 235119 (2001).
- [165] R. Corcoran, P. Meeson, Y. Onuki, P-A. Probst, M. Springford, K. Takita, H. Harima, G. Y. Guo, y B. L. Gyorffy. **J. Phys.: Condens. Matter** **6**, 4479 (1994).
- [166] J. D. Fletcher, A. Carrington, P. Diener, P. Rodière, J. P. Brison, R. Prozorov, T. Olheiser y R. W. Giannetta. **Phys. Rev. Lett.** **98**, 057003 (2007).
- [167] D. E. Moncton, J. D. Axe, y F. J. DiSalvo. **Phys. Rev. Lett.** **34**, 734 (1975).
- [168] P. Garoche, J. J. Veyssié, P. Manuel, y P. Molinié. **Solid State Commun.** **19**, 455 (1976).
- [169] N. Kobayashi, K. Noto, y Yoshio Muto. **J. Low Temp. Phys.** **27**, 217 (1977).
- [170] E. Boaknin, M. A. Tanatar, J. Paglione, D. Hawthorn, F. Ronning, R. W. Hill, M. Sutherland, L. Taillefer, J. Sonier, S. M. Hayden, y J. W. Brill. **Phys. Rev. Lett.** **90**, 117003 (2003).

- [171] I. Guillamon, H. Suderow, F. Guinea y S. Vieira. **Phys. Rev. B.** **77**, 134505 (2008).
- [172] T. Yokoya, T. Kiss, A. Chainani, S. Shin, M. Nohara, y H. Takagi. **Science** **294**, 2518-2520 (2001).
- [173] I. Guillamon. **Phd thesis** UAM, <http://lbtuam.es/?p=910> (2009).
- [174] L.J. Campbell, M.M. Doria, y V.G. Kogan. **Phys. Rev. B** **38**, 2439 (1988).
- [175] H. F. Hess. **Physica (amsterdam)** **169B**, 422 (1991).
- [176] K. G. Petzinger y G. A. Warren. **Phys. Rev. B** **42**, 2023 (1990).
- [177] H.F. Hess, R.B. Robinson y J.V. Waszczak. **Physica B** **169**, 422-431 (1991).
- [178] A. M. Troyanovski, J. Aarts y P. H. Kes **Nature** **399**, 665-668 (1999).
- [179] C. Berthod. **cond-mat.supr-con arXiv:1309.3763** (2013).
- [180] A. Maldonado, S. Vieira y H. Suderow. **Phys. Rev. B.** **88**, 064518 (2013).
- [181] C. P. Bean y J. D. Livingston. **Phys. Rev. Lett.** **12**, 14 (1964).
- [182] J. Bardeen y M. J. Stephen. **Phys. Rev.** **140**, A1197 (1966).